

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2005 年 9 月 1 日 (01.09.2005)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2005/080305 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C07C 43/303, 41/50, 41/56, C07D  
317/12, 317/20, C10M 129/20, 133/02, 169/04 // 107:08,  
107:34, 129:18, 133:38, C10N 20:02, 30:00, 30:06, 40:20

1008321 東京都千代田区丸の内三丁目 1 番 1 号 Tokyo  
(JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/002802

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 佐藤 治仁 (SATO,  
Haruhito) [JP/JP]; 〒2990193 千葉県市原市姉崎海岸  
1 番地 1 Chiba (JP). 宍倉 昭弘 (SHISHIKURA, Aki-  
hiro) [JP/JP]; 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸 2 4 番  
地 4 Chiba (JP).

(22) 国際出願日: 2005 年 2 月 22 日 (22.02.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(74) 代理人: 大谷 保, 外 (OHTANI, Tamotsu et al.); 〒  
1050001 東京都港区虎ノ門三丁目 2 5 番 2 号 ブリヂ  
ストン虎ノ門ビル 6 階 大谷特許事務所 Tokyo (JP).

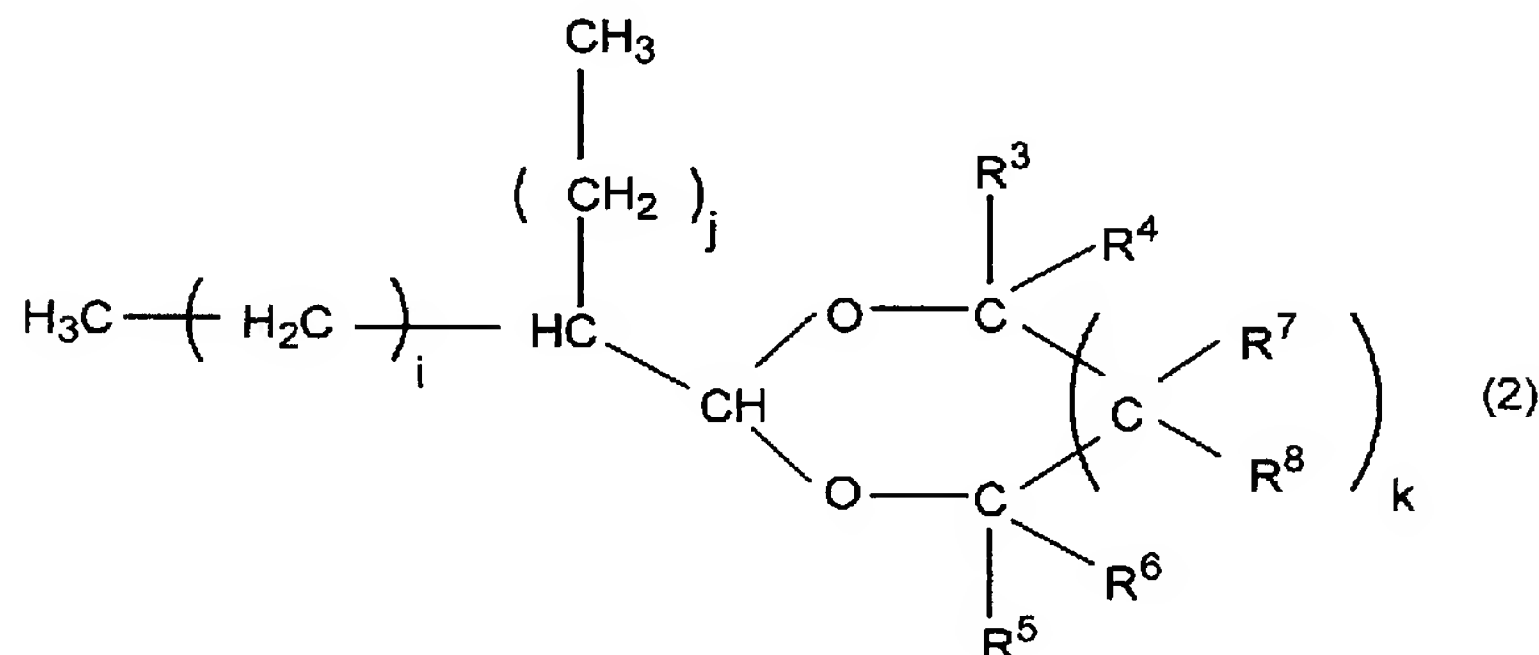
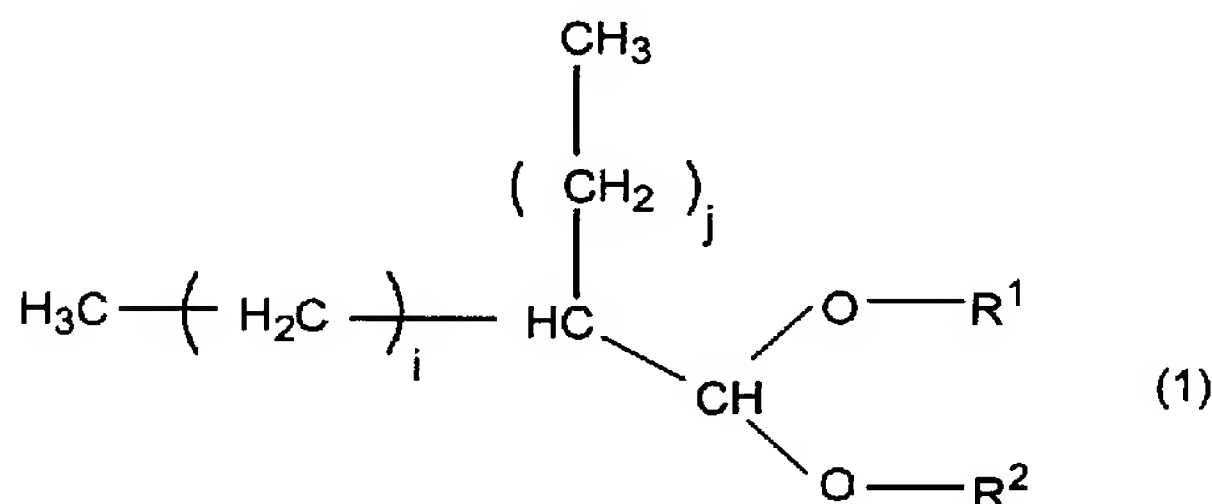
(30) 優先権データ:  
特願2004-049093 2004 年 2 月 25 日 (25.02.2004) JP  
特願2004-049180 2004 年 2 月 25 日 (25.02.2004) JP

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が  
可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR,  
BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,  
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,  
ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS,

[続葉有]

(54) Title: ALKYL ACETAL COMPOUND, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME, AND LUBRICATING OIL COMPO-  
SITION

(54) 発明の名称: アルキルアセタール化合物とその製造方法及び潤滑油組成物



(57) Abstract: A compound satisfying both annealing properties and lubricating properties. It is an alkyl acetal compound having a structure represented by the following general formula (1) or (2). In the formulae, R<sup>1</sup> and R<sup>2</sup> each represents a hydrocarbon group; R<sup>3</sup> to R<sup>8</sup> each represents hydrogen or a hydrocarbon group; i and j each is an integer, provided that the sum of both is 8 to 98; and k is 0 or 1.

[続葉有]

WO 2005/080305 A1



LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU,

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約: 焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する化合物及びその製造方法を提供する。 下記一般式 (1) 及び下記一般式 (2) で表される構造を有するアルキルアセタール化合物である。式中、 $R^1$ 及び $R^2$ は炭化水素基、 $R^3 \sim R^8$ は水素原子又は炭化水素基を示し、 $i$ 及び $j$ は、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数、 $k$ は0又は1である。【化1】

## 明 細 書

### アルキルアセタール化合物とその製造方法及び潤滑油組成物

#### 技術分野

[0001] 本発明は、潤滑油組成物、特に銅管引抜き油組成物の配合成分として好適なアルキルアセタール化合物及びその製造方法に関する。

また、本発明は、そのような化合物を用いた高温領域においても優れた潤滑特性を有し、金属加工（冷間圧延、引抜き、押抜き、鍛造、圧印加工、曲げ、張出成形、絞り等）に好適な金属加工用潤滑油組成物に関し、特に銅系金属（銅又は銅含有金属）の加工に好適な金属加工用潤滑油組成物に関する。

#### 背景技術

[0002] 切削油、研削油、研磨油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、及びシリコンウエハの研磨・切断などの加工に用いる金属加工油は潤滑性が要求される。金属加工油としては、一般に、鉱油に各種添加剤を添加した水不溶性油剤、あるいは鉱油や合成油に各種添加剤を添加したものを水で希釈して使用する水溶性油剤が用いられている。従来、鉱油を基油とするエマルジョン系の切削油や不水系切削油等の金属加工油は、脂肪酸エステル、脂肪酸などの油性向上剤や硫黄、塩素、燐などの元素含有の極圧剤を添加して潤滑性を良くすることがなされている。しかし、塩素系極圧剤はオゾン層破壊、燐系極圧剤は廃水による富栄養化など環境に対する問題で使い難いものとなっている。さらに、潤滑性が良好であるポリエーテルは、鉱油等の炭化水素系基油との相溶性が悪いため、製品外観を均一にすることが困難である。

金属のうち、銅系金属は熱伝導性及び加工性に優れるという特徴を有し、銅系金属の用途のうち、最も規格の厳しい部類にエアコンディショナー用熱交換器に使用される銅配管がある。一般に、このような銅管は引抜き加工により製造され、洗浄・乾燥後、焼鈍操作を経て出荷されている。この引抜き加工は、加工条件が厳しく、通常、高粘度で加工性の良好な潤滑油（油剤）を用いる必要がある。

従来、金属加工油組成物や潤滑油組成物として、水酸基3〜6個の多価アルコールのアルキレンオキサイド付加物、水酸基3〜6個の多価アルコールのアルキレンオ

キサイド付加物のハイドロカルビルエーテルから選ばれる含酸素化合物、特定のポリアルキレングリコール、特定のポリアルキレングリコールのハイドロカルビルエーテル及び炭素数2〜8の2価アルコールから選ばれる含酸素化合物を含有する金属加工油組成物(例えば、特許文献1参照)、3〜6価のポリオールに炭素数12〜22の脂肪酸をポリオールの残存水酸基が2.0〜2.5価になるように反応させた部分エステル1モルに対し、0.7〜1.0モルの二塩基酸を反応させて得られる粘度3000〜25000 cpsのポリエステルを含む潤滑油用ポリエステール組成物を含む潤滑油組成物(例えば、特許文献2参照)、エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油用添加剤を含む金属加工油組成物(例えば、特許文献3参照)、HLBが6.0以下、かつ重量平均分子量が500〜30,000である特定のポリエーテルからなる金属加工油(例えば、特許文献4参照)などが開示されている。しかしながら、これらの金属加工油組成物又は潤滑油組成物組成物は、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足するものではなかった。

[0003] 一方、銅系金属は熱伝導性及び加工性に優れるという特徴を有し、銅系金属の用途の内、最も規格の厳しい部類にエアーコンディショナー用熱交換器に使用される銅配管がある。一般に、このような銅管は引抜き加工により製造され、洗浄・乾燥後、焼鈍操作を経て出荷されている。この引抜き加工は、加工条件が厳しく、通常、高粘度で加工性の良好な潤滑油(油剤)を用いる必要がある(例えば、特許文献5参照)。

しかし、近年、環境的観点から有機溶媒による洗浄を行わない、いわゆる洗浄レス化が望まれ、潤滑油メーカーの努力により鉱油を基油とした油剤に代わり、易熱分解性のポリブテン等の高分子を基油とした銅管引抜き油が開発されてきた(例えば、特許文献6〜10参照)。

しかしながら、銅管引抜き油の製造工程において洗浄工程が省かれたために、従来使用されてきた強力な硫黄系極圧剤等を銅管に対して使用した場合、銅管が変色するなどの問題が大きな課題となりつつある。また、もう一つの問題として残油量がある。日本国内の残油量基準は0.1mg/mという大変厳しいものであるが、現在の主流となっている脂肪酸エステル系の添加剤を混合した高粘度の油剤では、焼鈍時の加熱により副反応が生じ、残油量の低減が難しくなっている。

- [0004] 特許文献1:特開平10-8080号公報  
特許文献2:特開平8-208814号公報  
特許文献3:特開2000-186292号公報  
特許文献4:特開2003-238978号公報  
特許文献5:特開2000-263125号公報  
特許文献6:特開平11-193390号公報  
特許文献7:特開平11-209781号公報  
特許文献8:特開平11-349975号公報  
特許文献9:特開2000-96073号公報  
特許文献10:特開2000-186291号公報

#### 発明の開示

#### 発明が解決しようとする課題

- [0005] 本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する化合物及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

また、本発明は、高温領域においても優れた潤滑特性(低摩擦性)を有し、金属加工(冷間圧延、引抜き、押抜き、鍛造、圧印加工、曲げ、張出成形、絞り等)、特に銅系金属(銅又は銅含有金属)の加工に好適な金属加工用潤滑油組成物を提供することを目的とするものである。

#### 課題を解決するための手段

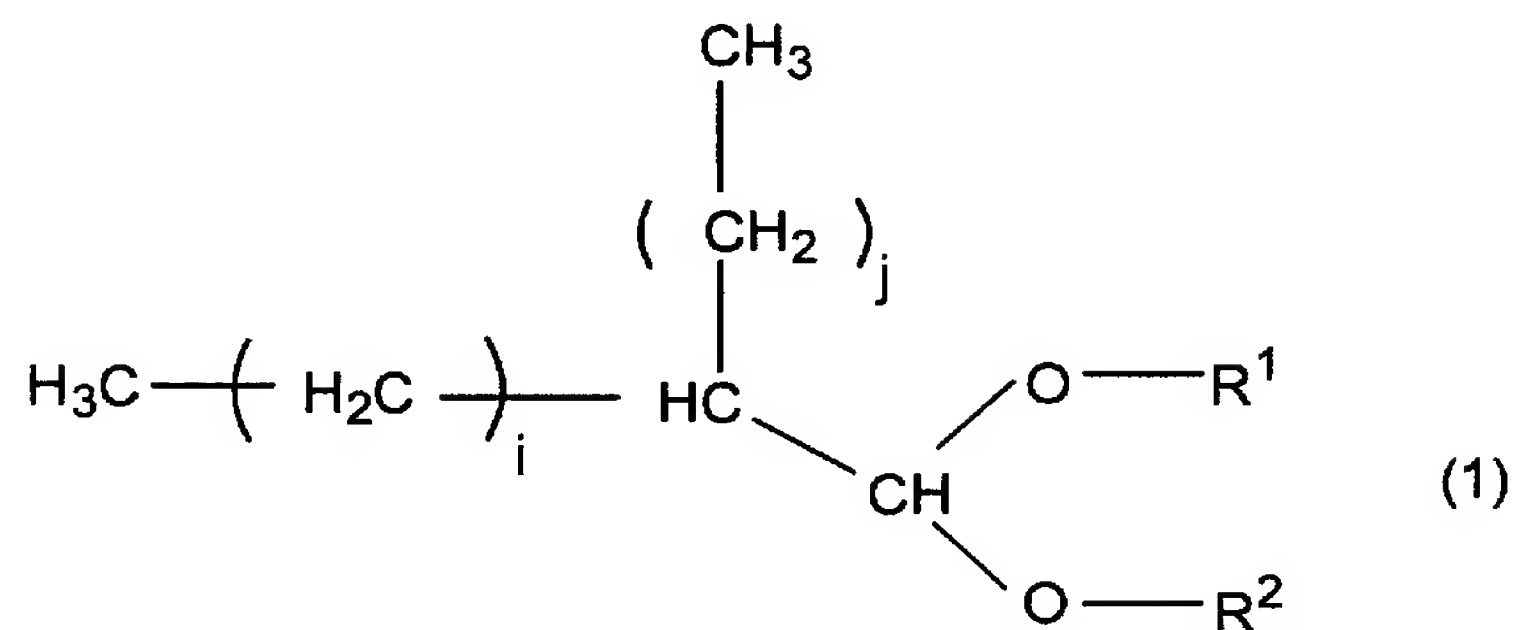
- [0006] 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、アルキル基の2位に直鎖アルキル基が分岐したアルキルアセタール化合物が、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足し、例えば、ベンゾトリアゾール誘導体などと比較して高い性能を有することを見出した。

また、本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、基油に特定の化合物を配合した潤滑油組成物が、従来から用いられてきた脂肪酸エステルと同等以上の潤滑特性、加工性を有し、従来用いられている脂肪酸エステルやアルコール類より使用温度範囲が広く、焼鈍後に残留しないことを見出した。本発明はかかる知見に基づいて完成したものである。

すなわち、本発明は、以下のアルキルアセタール化合物及びその製造方法を提供するものである。また、本発明は、以下の金属加工用潤滑油組成物を提供するものである。

1. 下記一般式(1)

[0007] [化1]



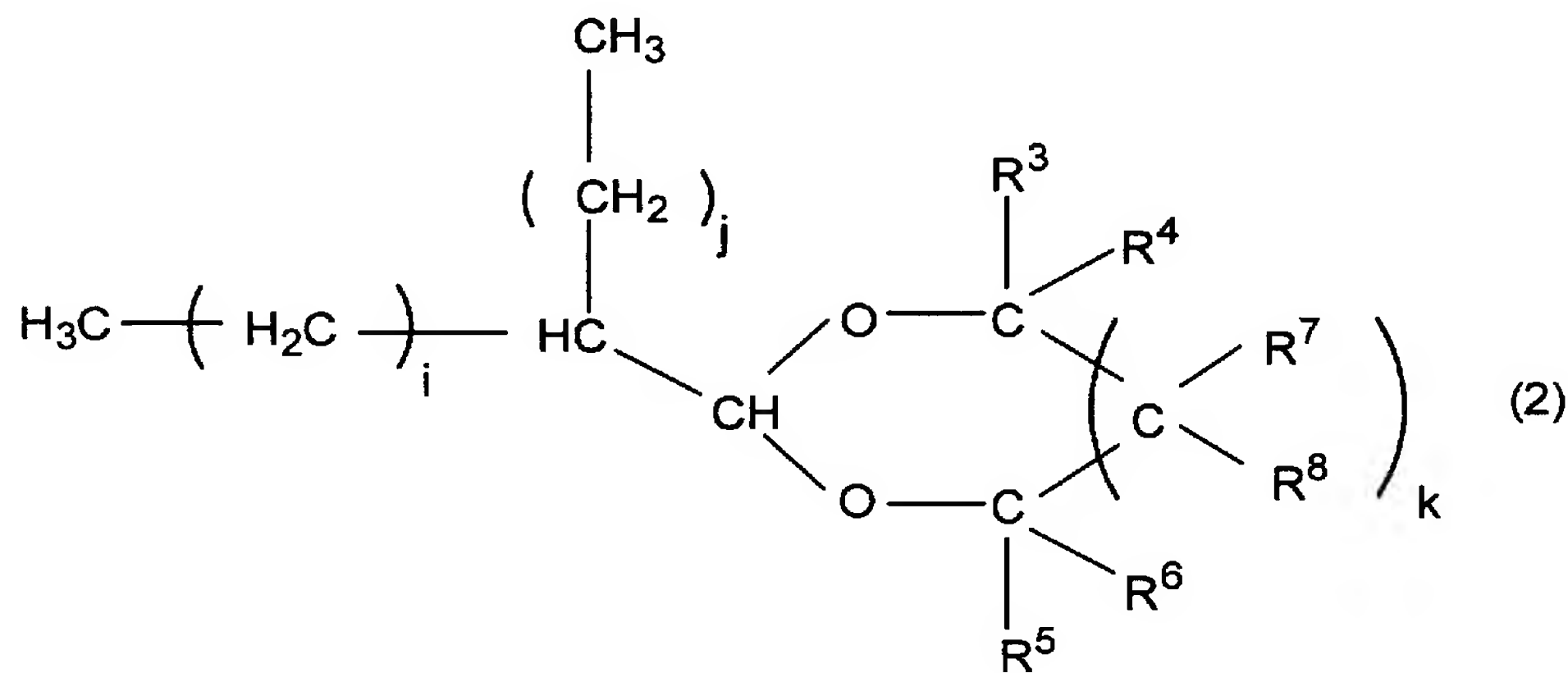
(式中、 $\text{R}^1$ 及び $\text{R}^2$ は、それぞれ独立に炭化水素基を示す。 $i$ 及び $j$ は、それぞれ両者の合計が8〜98を満たす整数である。)

[0008] で表される構造を有することを特徴とするアルキルアセタール化合物。

2. 一般式(1)において、 $i$ が $n$ で、 $j$ が $n+2$ であり、かつ $n$ が3〜48の整数である上記1に記載のアルキルアセタール化合物。

3. 下記一般式(2)

[0009] [化2]



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示す。 $k$ は0又は1、 $i$



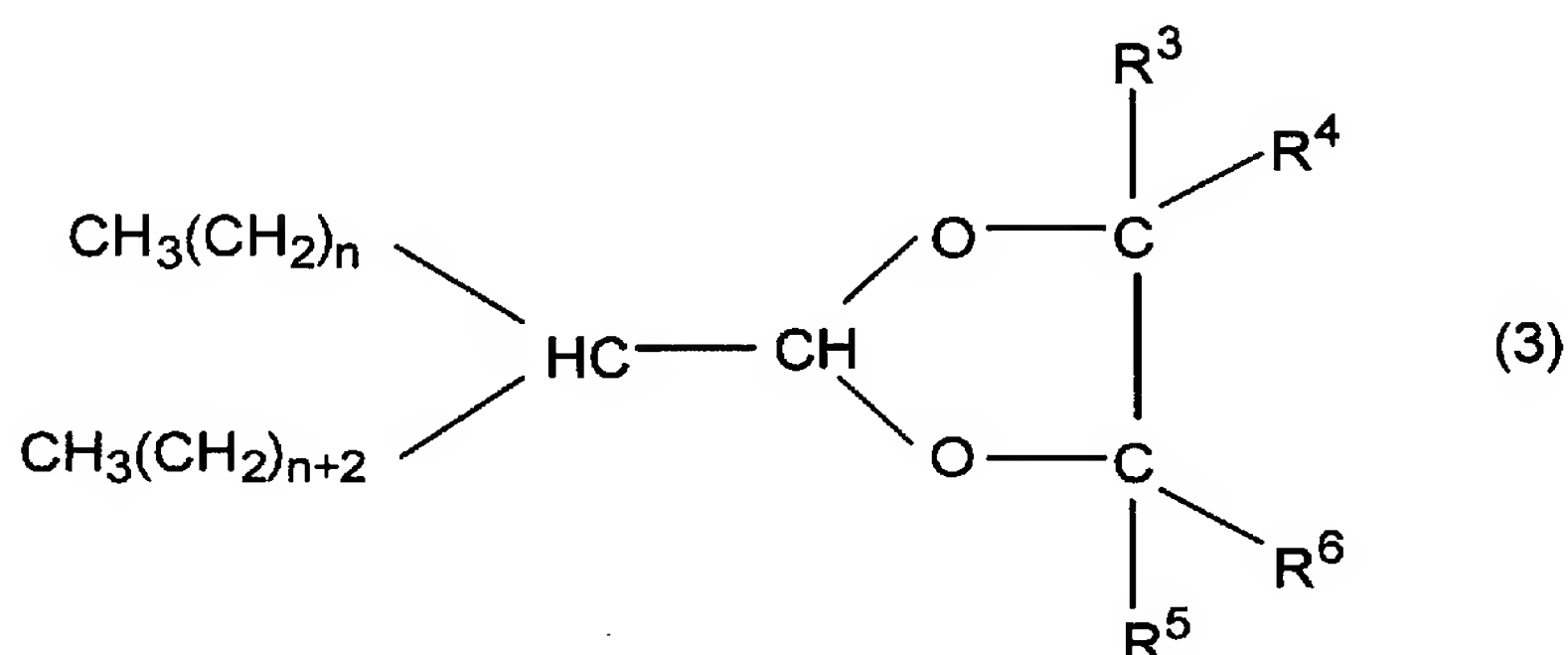
及びjは、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数である。)

[0010] で表され構造を有することを特徴とするアルキルアセタール化合物。

4. 一般式(2)において、iがnで、jがn+2であり、かつnが3～48の整数である上記3に記載のアルキルアセタール化合物。

5. 下記一般式(3)

[0011] [化3]

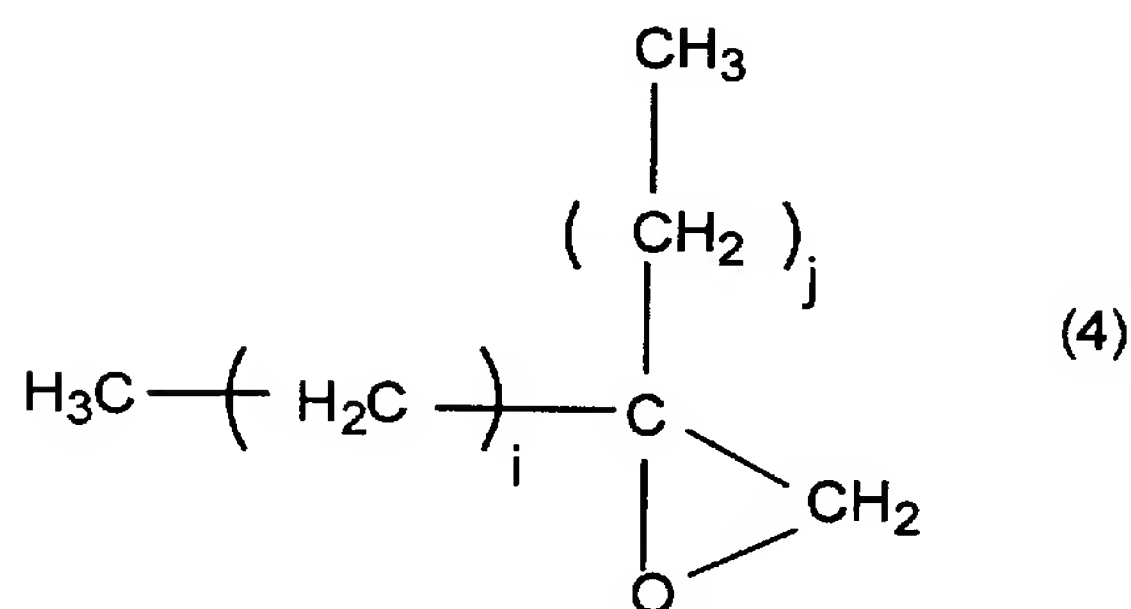


(式中、 $R^3$ ～ $R^6$ は、一般式(2)における定義と同義であり、nは3～48の整数である。)

[0012] で表される上記4に記載のアルキルアセタール化合物。

6. 下記一般式(4)

[0013] [化4]

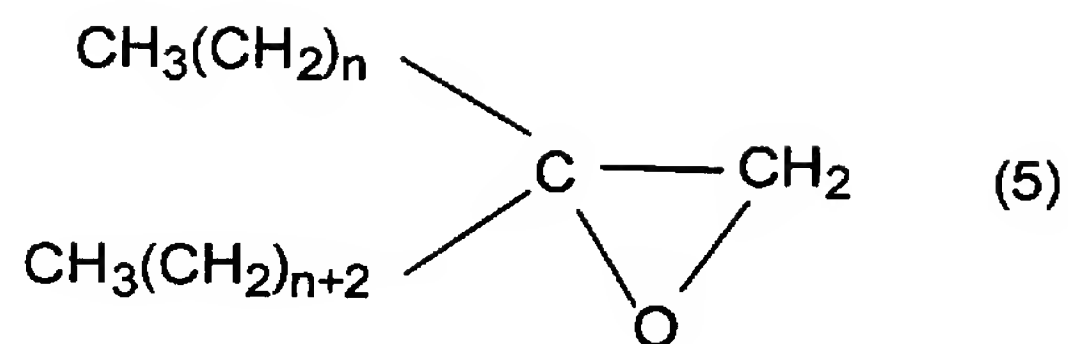


(式中、i及びjは、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数である。)

[0014] で表されるエポキシド類と、アルコール類を反応させることを特徴とする上記1又は5に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

7. エポキシド類が、下記一般式(5)

[0015] [化5]

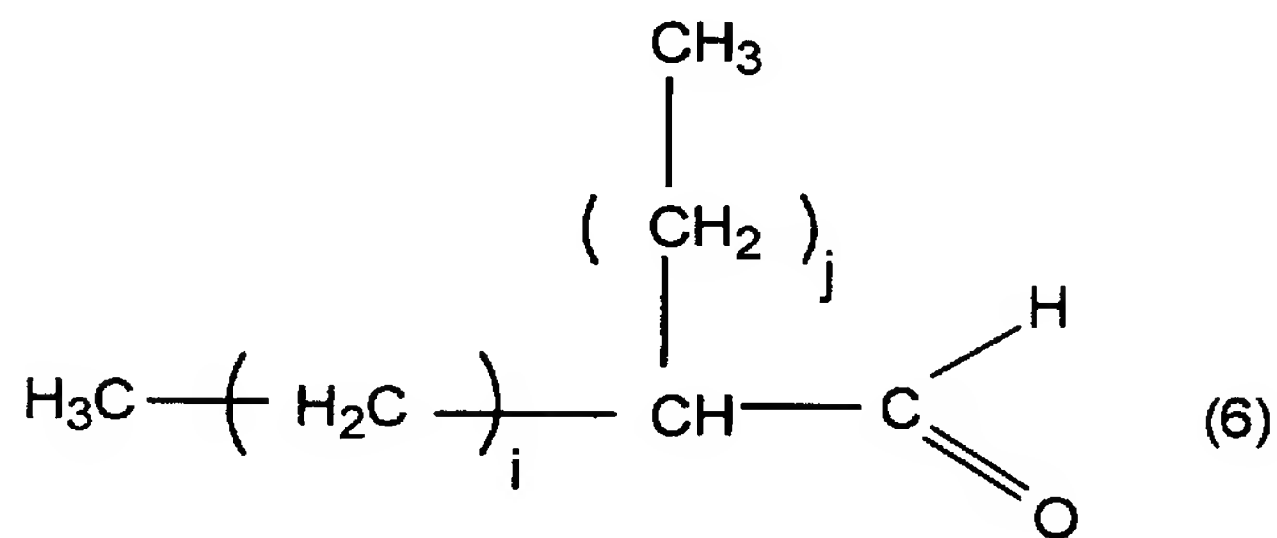


(式中、nは3～48の整数である。)

[0016] で表される化合物である上記6に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

8. 下記一般式(6)

[0017] [化6]

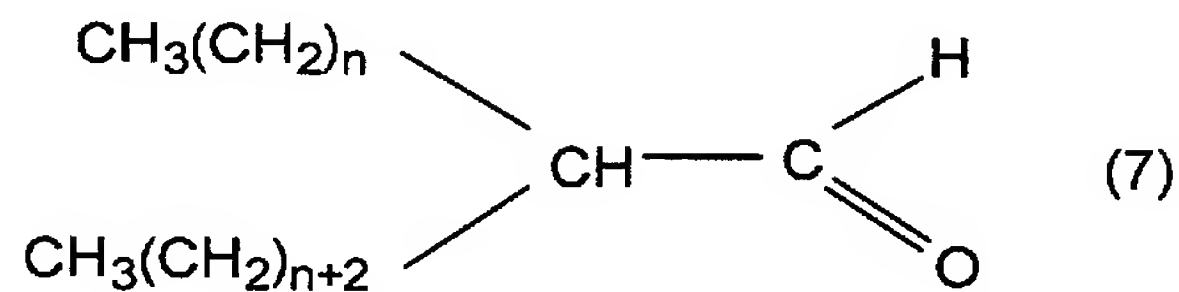


(式中、i及びjは、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数である。)

[0018] で表されるアルデヒド類と、アルコール類とを反応させることを特徴とする上記1又は5に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

9. アルデヒド類が、下記一般式(7)

[0019] [化7]



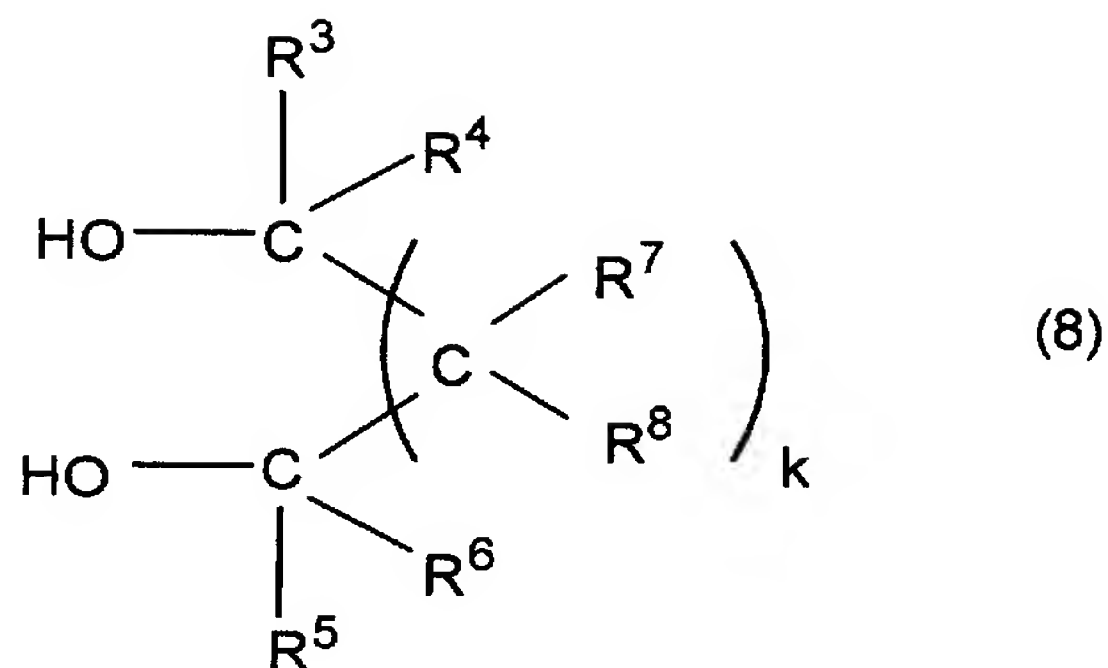
(式中、nは3～48の整数である。)

[0020] で表される化合物である上記8に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

10. アルコール類として、下記一般式(8)



[0021] [化8]



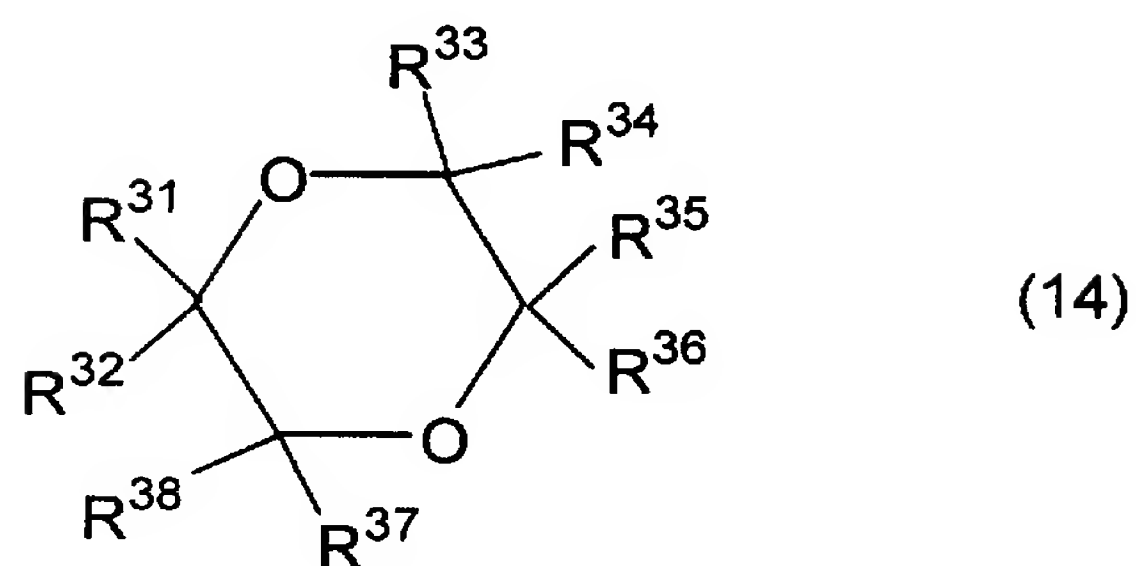
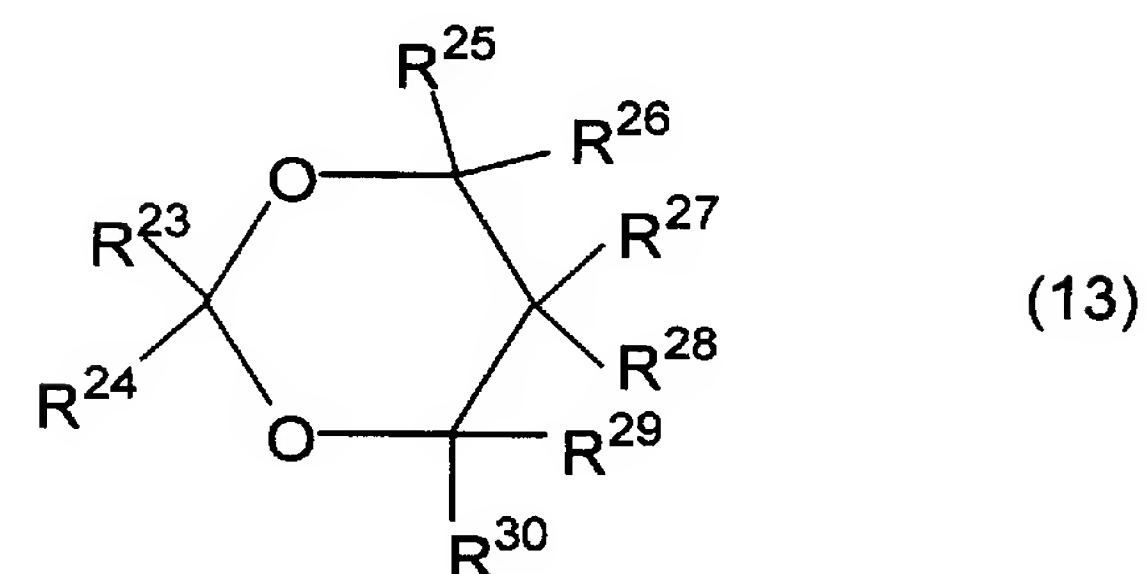
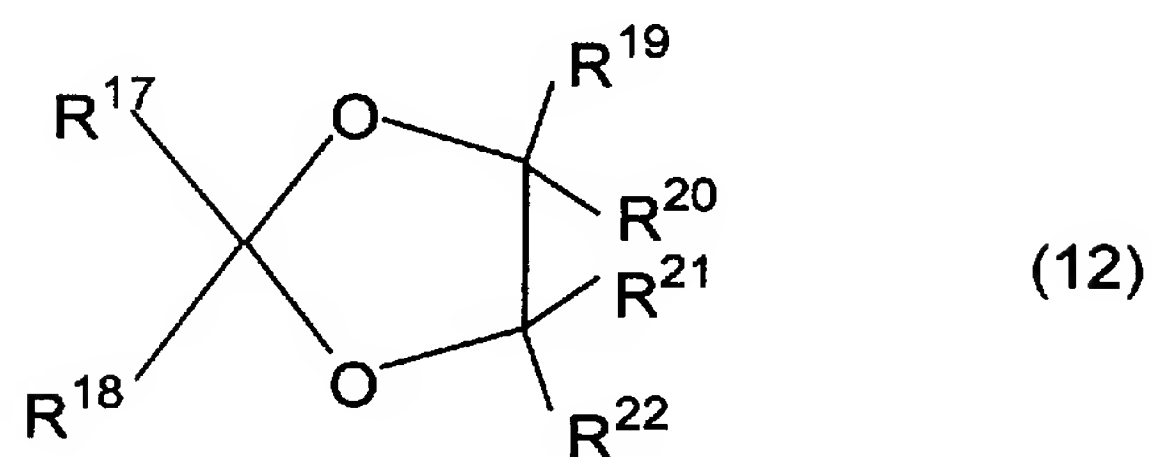
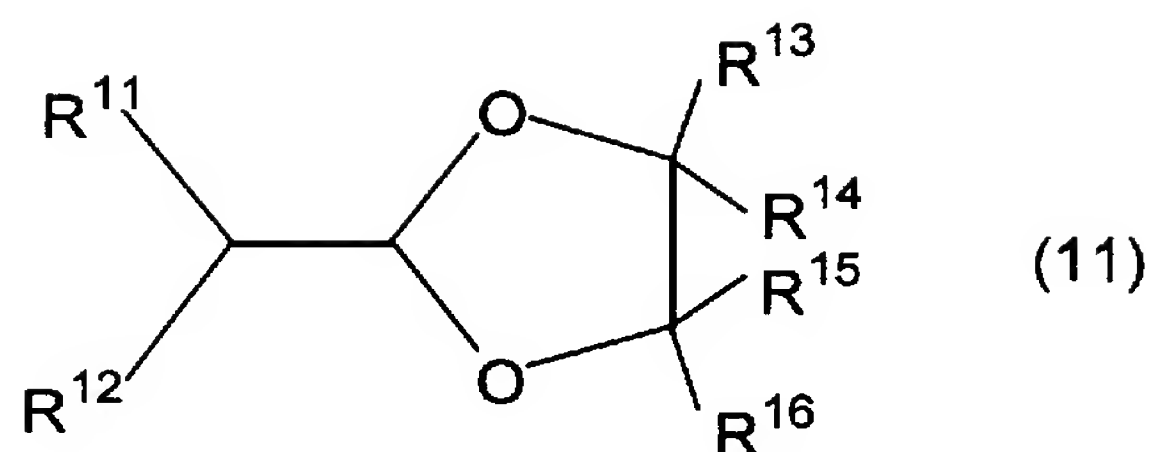
(式中、 $\text{R}^3$ — $\text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示す。 $k$ は0又は1である。)

[0022] で表されるグリコール類を用い、一般式(2)で表されるアルキルアセタール化合物を製造する上記6〜9のいずれかに記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

11. グリコール類が、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール誘導体及び1, 2-ブタンジオールから選ばれる化合物である上記10に記載の製造方法。

12. 基油に、下記一般式(11)で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式(12)で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式(13)で表されるジオキサン化合物及び下記一般式(14)で表されるジオキサン化合物から選ばれる化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で1質量%以上配合してなる金属加工用潤滑油組成物。

[0023] [化9]



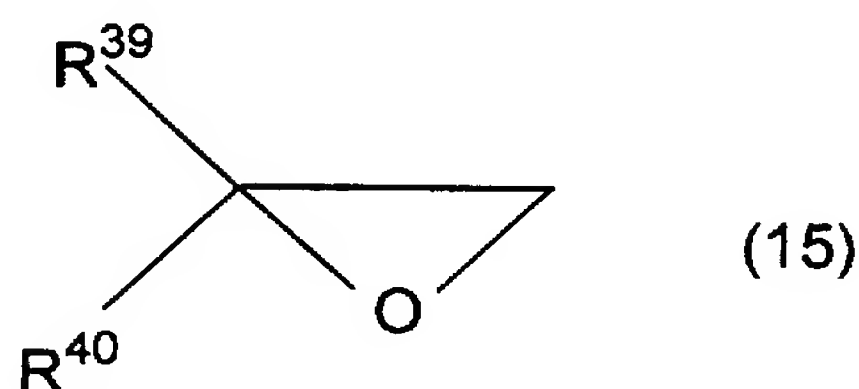
(式中、 $R^{11}$ ～ $R^{38}$ は、それぞれ独立に水素原子、炭素数1～30の飽和炭化水素基、炭素数1～30の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1～30の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

[0024] 13. 一般式(11)～(14)における $R^{11}$ ～ $R^{38}$ のうちの少なくとも一つが、窒素原子を含む炭化水素鎖を持つ炭化水素基である上記1に記載の金属加工用潤滑油組成物。

14. 基油が、40℃における動粘度が5〜3,000mm<sup>2</sup>/sの範囲にある、ポリブテン、ポリイソブチレン及び非水溶性ポリアルキレングリコールから選ばれる一種又は二種以上であり、該基油の含有量が組成物基準で95質量%以下である上記12又は13に記載の金属加工用潤滑油組成物。

15. 下記一般式(15)で表される2,2-ジアルキルエポキシド化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で0.01質量%以上含有する上記12〜14のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

[0025] [化10]



(式中、R<sup>39</sup>及びR<sup>40</sup>は、それぞれ独立に炭素数1〜30の飽和炭化水素基、炭素数1〜30の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1〜30の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

[0026] 16. ベンゾトリアゾール及び／又はその誘導体を、組成物基準で0.01〜10質量%含有する上記12〜15のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

17. 銅又は銅含有金属用である上記12〜16のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

### 発明の効果

[0027] 本発明のアルキルアセタール化合物を基油に配合することにより、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する、銅管引抜き油などとして好適な潤滑油組成物を得ることができる。

また、本発明によれば、高温領域においても優れた潤滑特性(低摩擦性)を有し、金属加工(冷間圧延、引抜き、押抜き、鍛造、圧印加工、曲げ、張出成形、絞り等)、特に銅系金属(銅又は銅含有金属)の加工に好適な金属加工用潤滑油組成物を提供することができる。

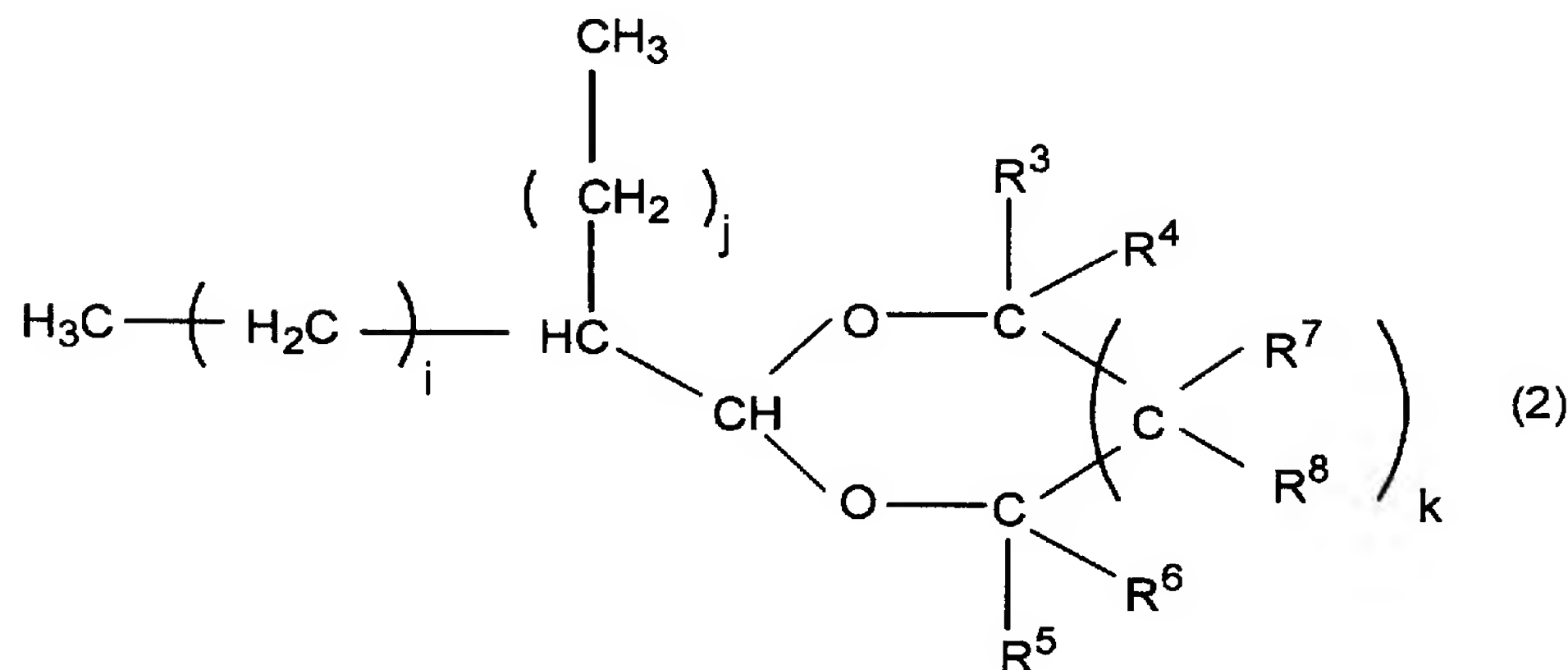
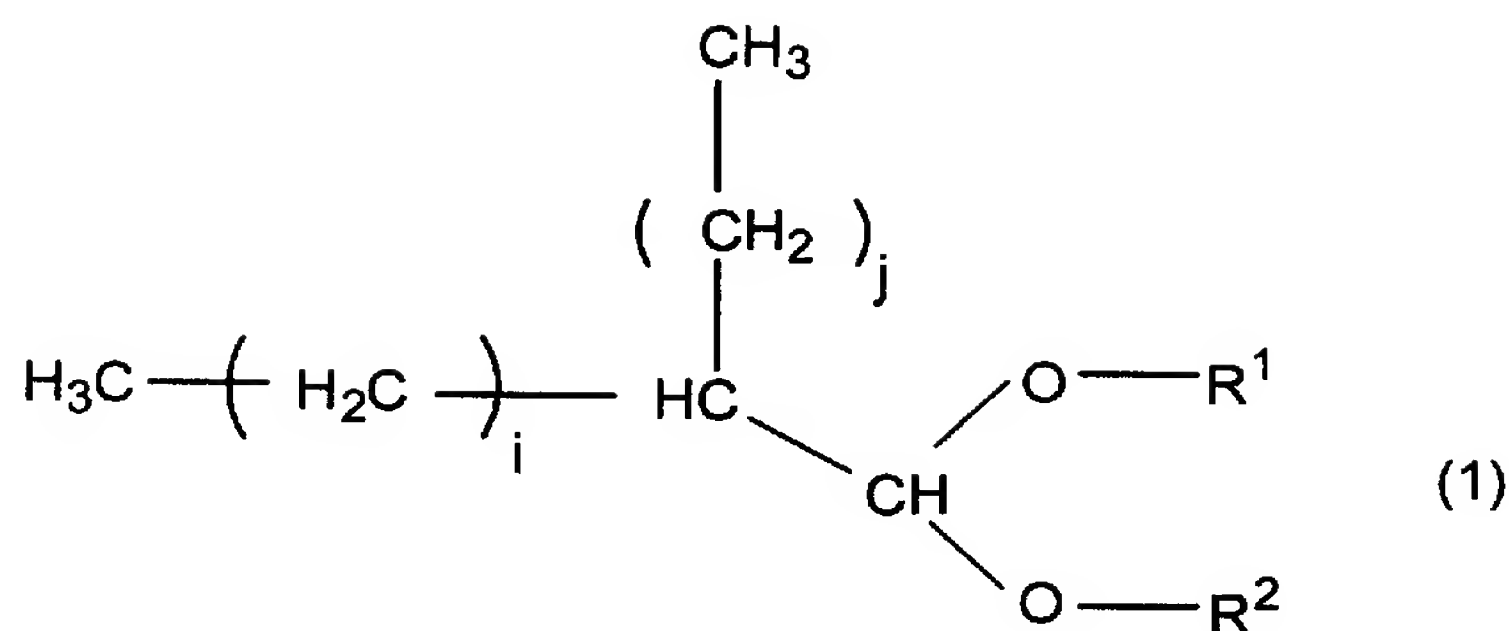
### 図面の簡単な説明

- [0028] [図1] $^1\text{H}$ -NMR解析による1, 3-ジオキソラン化合物の水素原子の符号を示す図である。
- [図2] $^{13}\text{C}$ -NMR解析による1, 3-ジオキソラン化合物の炭素原子の符号を示す図である。
- [図3]1, 3-ジオキソラン化合物の詳細解析における $^1\text{H}$ -NMRのデータプロファイルを示すグラフである。
- [図4]1, 3-ジオキソラン化合物の詳細解析における $^{13}\text{C}$ -NMRのデータプロファイルを示すグラフである。
- [図5]1, 3-ジオキソラン化合物の詳細解析における $^{13}\text{C}$ -NMRのデータプロファイルを示すグラフである。
- [図6]1, 3-ジオキソラン化合物の2D-COSY法による解析結果を示す図である。
- [図7]1, 3-ジオキソラン化合物の2D-HMQC法による解析結果を示す図である。
- [図8]1, 3-ジオキソラン化合物の2D-HMBC法による解析結果を示す図である。
- [図9]1, 3-ジオキソラン化合物の2D-HMBCによる解析結果を示す図である。
- [図10]1, 3-ジオキソラン化合物の2D-INADEQUATEによる解析結果を示す図である。
- [図11]1, 3-ジオキソラン化合物の2D-INADEQUATE法による解析結果を示す図である。
- [図12]図11の部分拡大図である。
- [図13]実施例及び比較例における往復動摩擦試験結果を示すグラフである。
- [図14]実施例及び比較例における往復動摩擦試験結果を示すグラフである。
- [図15]実施例及び比較例における往復動摩擦試験結果を示すグラフである。
- [図16]実施例及び比較例における往復動摩擦試験結果を示すグラフである。

### 発明を実施するための最良の形態

- [0029] 本発明のアルキルアセタール化合物は、文献未記載の新規な化合物であって、下記一般式(1)及び(2)で表される構造を有している。

[0030] [化11]



[0031] 上記一般式(1)において、 $\text{R}^1$ 及び $\text{R}^2$ は、それぞれ独立に炭化水素基を示し、 $i$ 及び $j$ は、それぞれ両者の合計が8〜98を満たす整数である。一方、上記一般式(2)において、 $\text{R}^3$ 〜 $\text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示し、 $k$ は0又は1である。 $i$ 及び $j$ は上記と同様である。

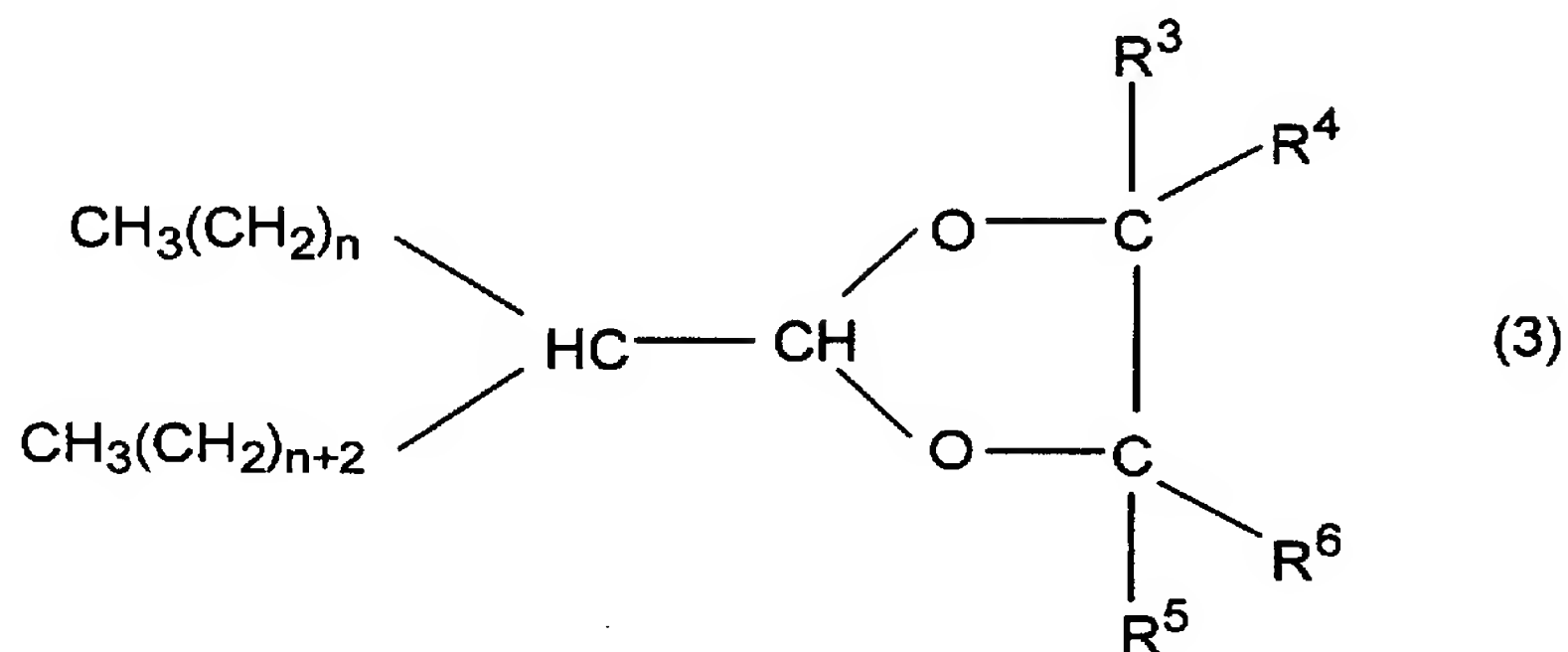
上記炭化水素基としては、適当な置換基やヘテロ原子を有していてもよい全炭素数が1〜20の炭化水素基を挙げることができる。また、 $i$ と $j$ の合計としては、10〜70の整数が好ましく、16〜32の整数が特に好ましい。

このように、本発明のアルキルアセタール化合物は、直鎖アルキル基の2位に直鎖アルキル基が分岐した構造を有するものである。

本発明において、上記一般式(1)、(2)で表されるアルキルアセタール化合物としては、製造上の容易さなどの点から、 $i$ が $n$ で、 $j$ が $n+2$ であり、かつ $n$ が3〜48の整数であることが好ましい。 $n$ は、3〜33の整数であることがより好ましく、7〜15の整数が特に好ましい。

また、上記一般式(2)で表されるアルキル環状アセタール化合物としては、 $k$ が0であり、かつ $i$ が $n$ で、 $j$ が $n+2$ である、下記一般式(3)

[0032] [化12]



(式中、 $R^3$ 〜 $R^6$ は、上記と同じであり、 $n$ は3〜48の整数である。)

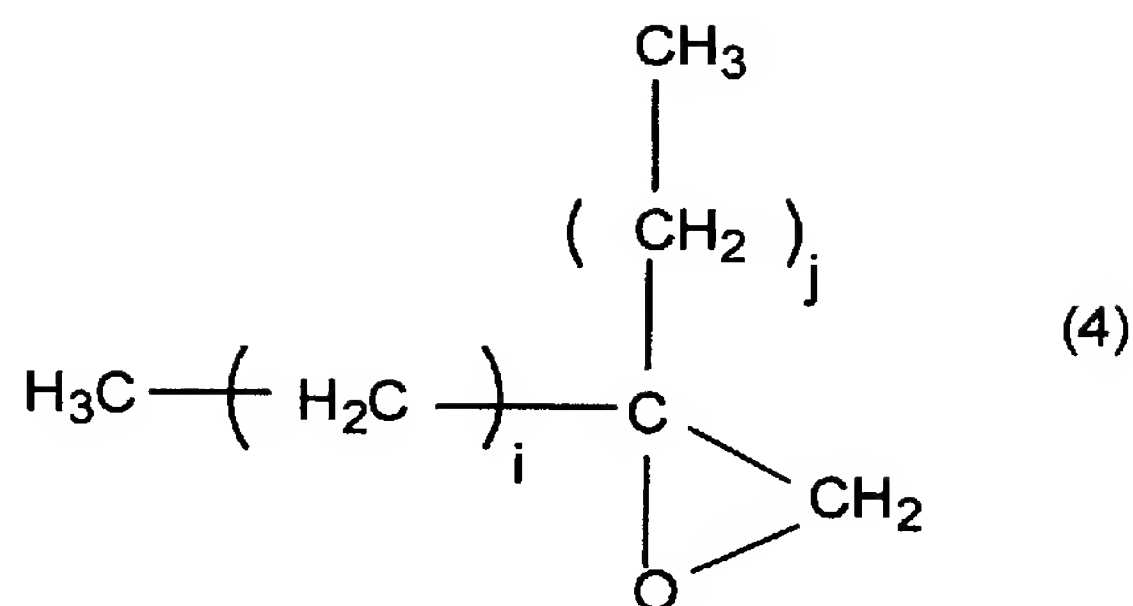
[0033] で表されるアルキル環状アセタール化合物を好ましく挙げることができる。

上記一般式(2)における $R^3$ 〜 $R^8$ 及び上記一般式(3)における $R^3$ 〜 $R^6$ は、アルキル環状アセタール化合物の製造に用いられるグリコール類の種類によって決定される。また、上記 $n$ としては3〜33の整数であることが好ましい。

上記一般式(1)及び(2)で表されるアルキルアセタール化合物の製造方法については特に制限はないが、以下に示す本発明の製造方法に従えば、上記アルキルアセタール化合物を効率よく製造することができる。

本発明のアルキルアセタール化合物の製造方法においては二つの態様があり、まず第1の態様について説明する。本発明の製造方法における第1の態様においては、下記一般式(4)

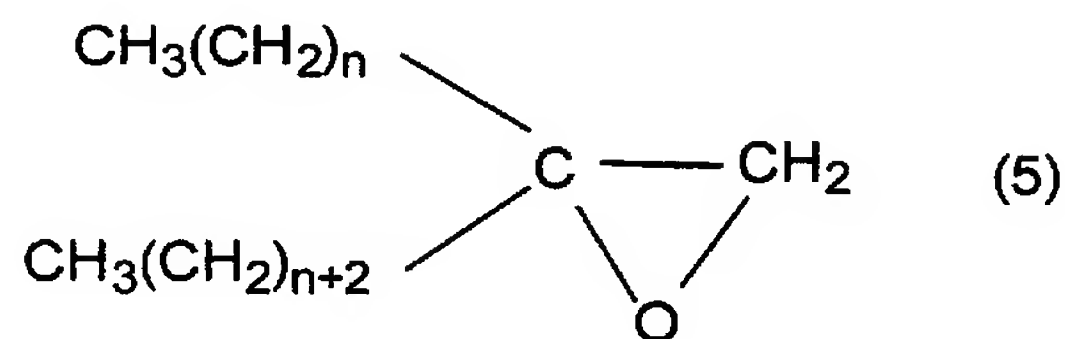
[0034] [化13]



(式中、i及びjは上記と同じである。)

[0035] で表されるエポキシド類と、アルコール類とを反応させて、上記一般式(1)又は(2)で表されるアルキルアセタール化合物を製造する。上記一般式(4)で表されるエポキシド類としては、下記一般式(5)

[0036] [化14]

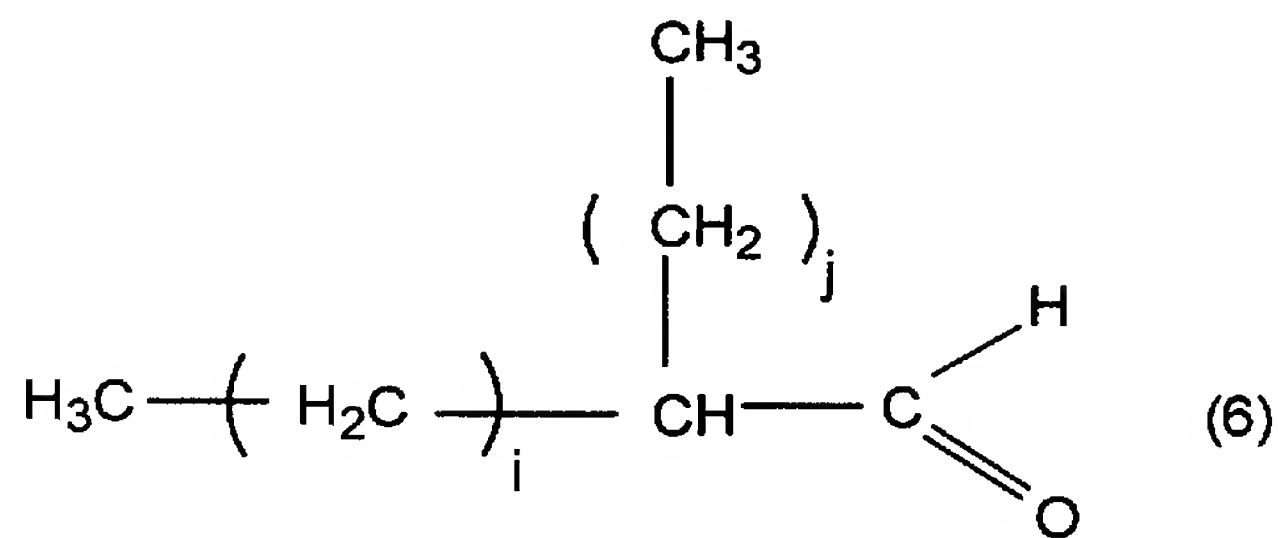


(式中、nは上記と同じである。)

[0037] で表される化合物が好ましい。

また、第2の態様においては、下記一般式(6)

[0038] [化15]

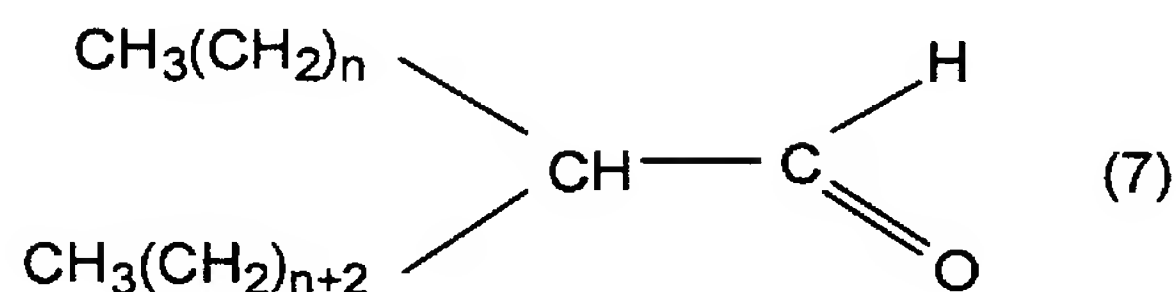


(式中、i及びjは上記と同じである。)



[0039] で表されるアルデヒド類と、アルコール類とを反応させて、上記一般式(1)又は(2)で表されるアルキルアセタール化合物を製造する。上記一般式(6)で表されるアルデヒド類としては、下記一般式(7)

[0040] [化16]

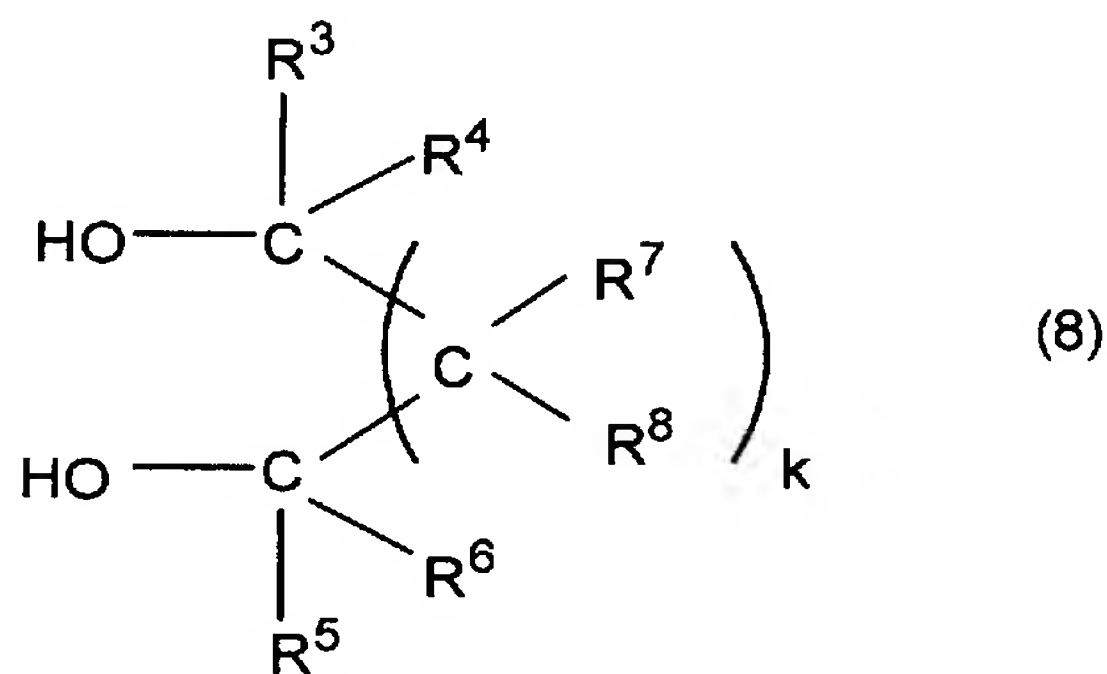


(式中、nは上記と同じである。)

[0041] で表される化合物が好ましい。

この第1の態様及び第2の態様において、アルコール類として、一価のアルコールを用いることにより、上記一般式(1)で表されるアルキルアセタール化合物が得られる。また、アルコール類として、下記一般式(8)

[0042] [化17]

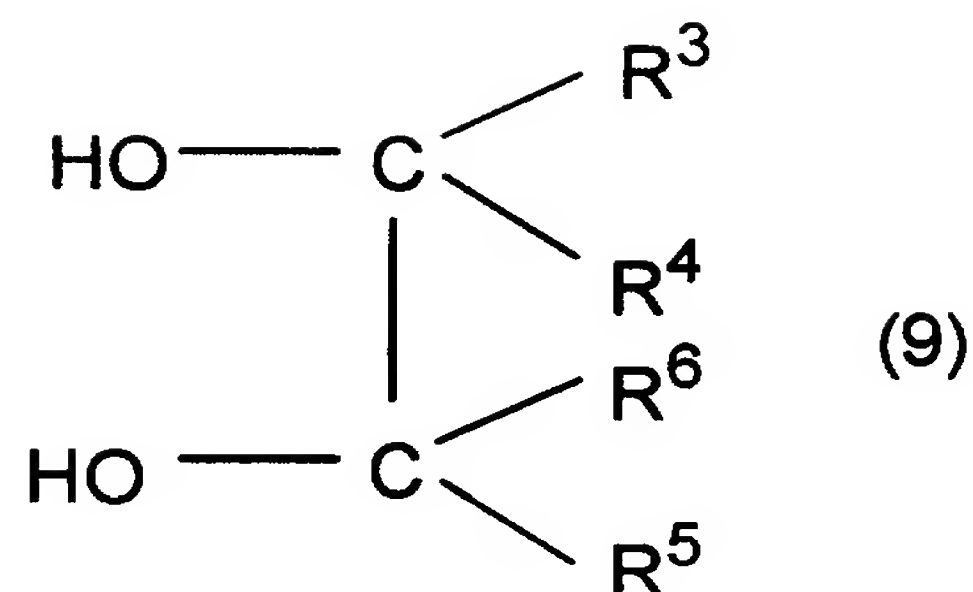


(式中、 $\text{R}^3$ — $\text{R}^8$ 及びkは上記と同じである。)

[0043] で表されるグリコール類を用いることにより、上記一般式(2)で表されるアルキル環状アセタール化合物が得られる。

このグリコール類としては、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール誘導体及び1, 2-ブタンジオールなどが好ましく用いられ、特に $\alpha$ ,  $\beta$ -アルカンジオールが好ましい。この $\alpha$ ,  $\beta$ -アルカンジオールとして、下記一般式(9)

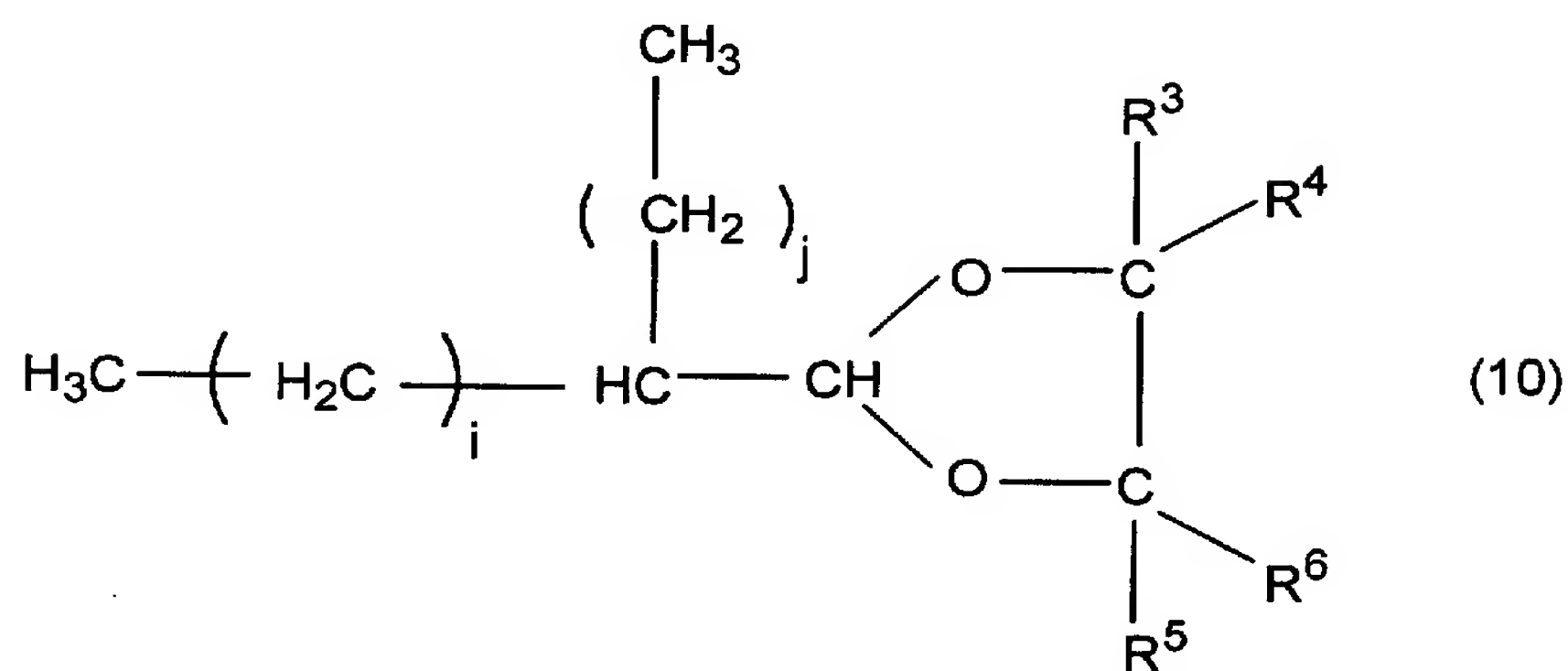
[0044] [化18]



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^6$ は上記と同じである。)

[0045] で表される化合物を用いれば、下記一般式(10)

[0046] [化19]



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^6$ 、 $i$ 及び $j$ は上記と同じである。)

[0047] で表されるアルキル環状アセタール化合物が得られる。この一般式(10)において、 $i$ が $n$ で、 $j$ が $n+2$ であり、かつ $n$ が3～48に整数ある場合には、上記一般式(3)で表されるアルキル環状アセタール化合物となる。

上記一般式(9)で表される $\alpha$ 、 $\beta$ -アルカンジオールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 2-ブタンジオールなどが好ましく用いられる。

上記第1の態様の場合、上記一般式(4)で表されるエポキシド類と、アルコール類との反応においては、反応温度は、通常0～200℃程度、好ましくは20～140℃である。また、反応時間は、通常1～48時間程度、好ましくは4～5時間である。

また、上記第2の態様の場合、上記一般式(6)で表されるアルデヒド類としては、ガ

ーベットアルコールを酸化クロム等の酸化剤で酸化処理し、合成して得られるガーベットアルデヒド、上記エポキシド類から合成したアルデヒドが好ましい。

例えば、アルデヒド類としてガーベットアルデヒドを用い、アルコール類としてエチレングリコールを用いた場合、微量の硫酸を含有するエチレングリコールを、通常50ー200℃程度、好ましくは50ー140℃に加温し、攪拌しながら、ガーベットアルデヒドをゆっくりと滴下し、滴下後、通常1ー48時間程度、好ましくは4ー5時間攪拌してから、反応を停止し、反応物を分液すると、上層からアルキル環状アセタール化合物を取り出すことができる。

[0048] 本発明のアルキルアセタール化合物は、基油に配合することにより、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する、銅管引抜き油などの金属加工油として好適な組成物を与えることができる。この場合、本発明のアルキルアセタール化合物のうち、2ー長鎖分岐アルキルー1, 3ージオキソランが好ましい。基油としては、鉱油及び／又は合成油を用いることができる。この鉱油や合成油については、一般に潤滑油の基油として用いられているものであればよく、特に制限はないが、金属加工油としての性能の点から、40℃における動粘度が5ー3, 000mm<sup>2</sup>/sの範囲にあるものが好ましく、特に10ー3, 000mm<sup>2</sup>/sの範囲にあるものが好ましい。またこの基油の低温流動性の指標である流動点については特に制限はないが、-10℃以下であるのが好ましい。

このような鉱油、合成油は各種のものがあり、用途などに応じて適宜選定すればよい。鉱油としては、例えばパラフィン系系鉱油、ナフテン系系鉱油、中間系系鉱油などが挙げられ、具体例としては、溶剤精製または水添精製による軽質ニュートラル油、中質ニュートラル油、重質ニュートラル油、ブライトストックなどを挙げることができる。

一方、合成油としては、例えば、ポリ $\alpha$ -オレフィン、 $\alpha$ -オレフィンコポリマー、ポリブテン、ポリイソブチレン、非水溶性ポリアルキレングリコール、アルキルベンゼン、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、ポリオキシアルキレングリコール、ポリオキシアルキレングリコールエステル、ポリオキシアルキレングリコールエーテル、ヒンダードエステル、シリコンオイルなどを挙げることができる。これらの基油は、それぞれ単独で、あるいは二種以上を組み合わせ使用することができ、鉱油と合成油を組み合わせ使用してもよい。

本発明においては、40℃における動粘度が10〜3,000mm<sup>2</sup>/sの範囲にある、ポリブテン、ポリイソブチレン及び非水溶性ポリアルキレングリコールなどの易熱分解性ポリマーが好ましい。易熱分解性ポリマーに、本発明のアルキルアセタール化合物を配合した潤滑油組成物は、金属の加工において焼鈍特性（易熱分解性、低残油性、無変色作用）と潤滑特性（低摩擦性）とをより満足させるものである。特に、銅系金属に特異的に作用し、脂肪酸エステル系添加剤を配合した場合と同等以上の吸着膜を形成し、高温域においても低摩擦係数を維持することができる。また、潤滑特性のみを特に要求し、焼鈍特性の要求がそれほど大きくはない加工の場合には、上記鉱油などを使用すればよい。

なお、上述した基油については後述する金属加工用潤滑油組成物においても同様である。

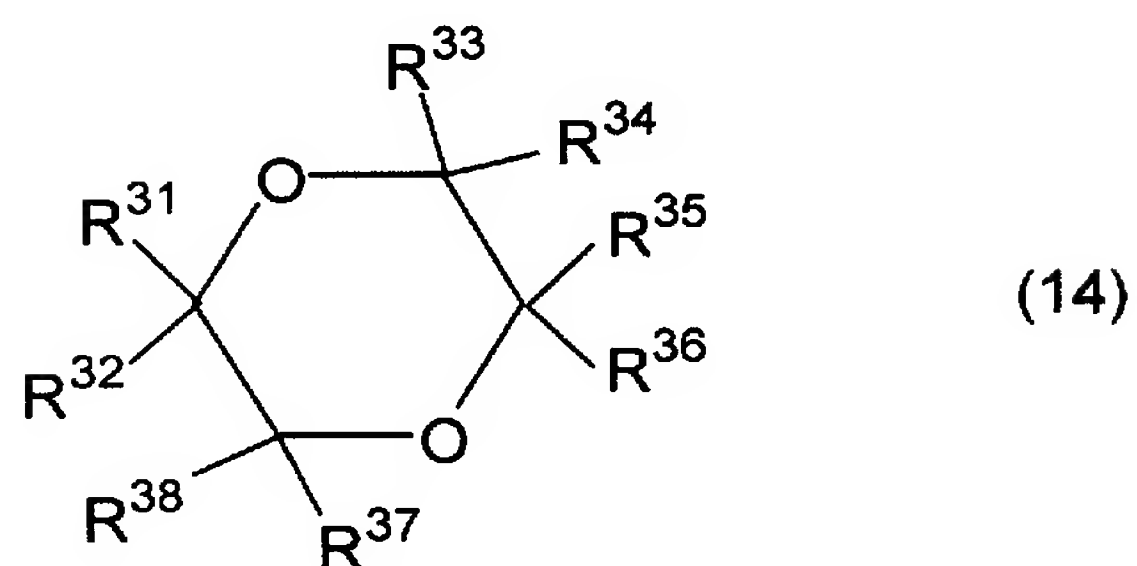
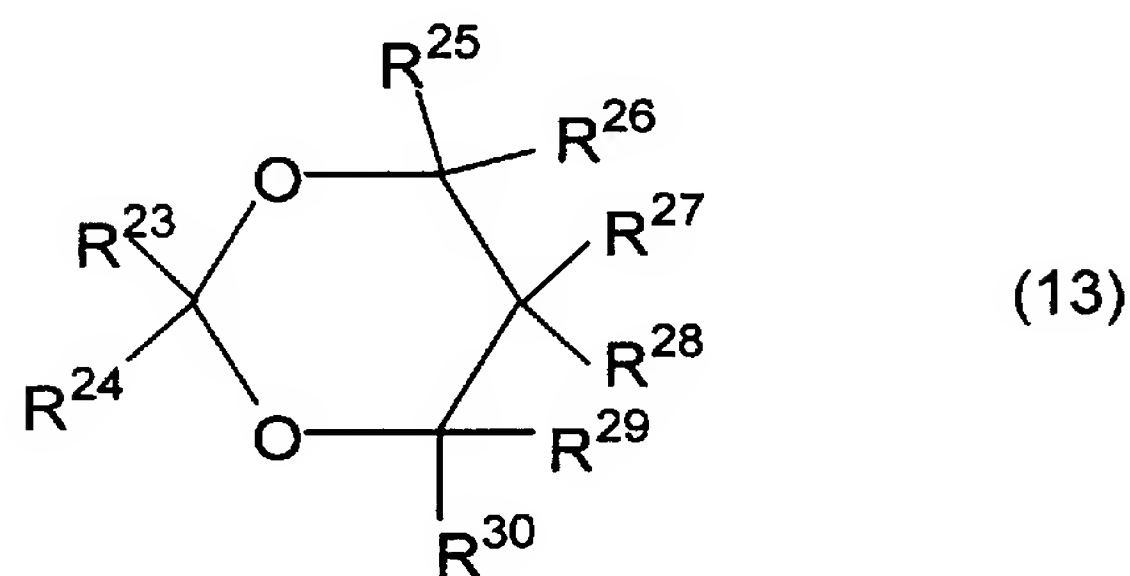
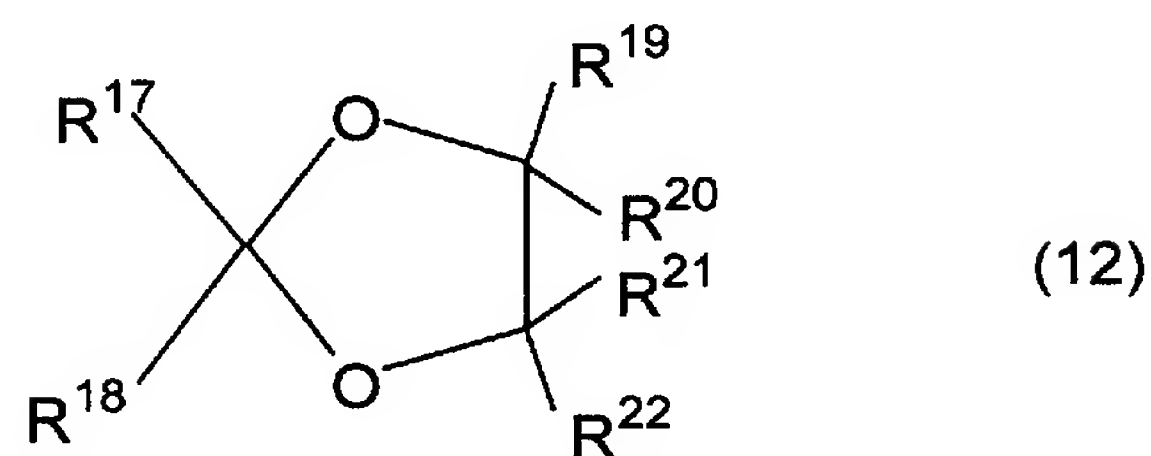
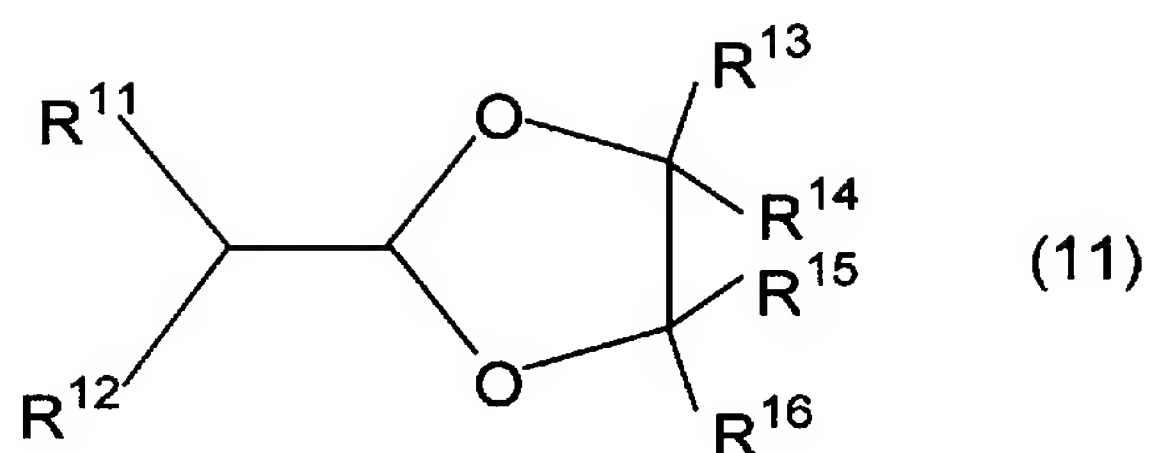
[0049] 当該潤滑油組成物において、本発明のアルキルアセタール化合物の配合量は、組成物基準で、通常1質量%以上であり、加工方法や加工条件に応じて適宜調整することができる。例えば、純銅系の冷間圧延等の場合には1〜15質量%程度が適当であり、銅管の引抜き加工の場合には、5〜30質量%程度が好ましい。

当該潤滑油組成物には、通常、潤滑油剤としての基本的な性能を維持するために、本発明の効果を阻害しない範囲で、安定化剤、油性剤、極圧剤、分散剤、腐食防止剤、酸化防止剤及び消泡剤などの公知の添加剤を適宜添加することができる。これらの添加剤の全添加量は、組成物基準で、通常0.01〜20質量%の範囲である。

なお、これらの添加剤については後述する金属加工用潤滑油組成物においても同様である。

[0050] 本発明の金属加工用潤滑油組成物は、上記基油に、下記一般式(11)で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式(12)で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式(13)で表されるジオキサン化合物及び下記一般式(14)で表されるジオキサン化合物から選ばれる化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で1質量%以上配合してなるものである。

[0051] [化20]



[0052] 式中、 $R^{11} \sim R^{38}$ は、それぞれ独立に水素原子、炭素数1～30、好ましくは炭素数4～28の飽和炭化水素基、炭素数1～30、好ましくは炭素数4～28の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1～30、好ましくは炭素数4～28の炭化水素基から選ばれる基を示す。 $R^{11} \sim R^{38}$ のうちの少なくとも一つは、窒素原子を含む炭化水素鎖を持つ炭化水素基であってもよい。炭素数1～30の飽和炭化水素基としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプ

ロピル基, n-ブチル基, イソブチル基, sec-ブチル基, tert-ブチル基, 各種ペンチル基, 各種ヘキシル基, 各種ヘプチル基, 各種オクチル基, 各種ノニル基, 各種デシル基, 各種ウンデシル基, 各種ドデシル基, トリデシル基, テトラデシル基, ペンタデシル基, ヘキサデシル基, ヘプタデシル基, オクタデシル基, ノナデシル基, エイコシル基などのアルキル基などが挙げられる。炭素数1〜30の不飽和炭化水素基としては、ビニル基、プロペニル基、アリル基、シクロヘキセニル基、オレイル基などのアルケニル基などが挙げられる。

[0053] 上記一般式(11)で表されるジオキソラン化合物として、炭素数1〜30のアルキル基を持つ2-アルキル-1, 3-ジオキソラン(例えば、2-ヘキシル-1, 3-ジオキソラン、2-ヘプチル-1, 3-ジオキソラン、2-オクチル-1, 3-ジオキソラン及び2-エイコシル-1, 3-ジオキソランなど)、分岐アルキル基を側鎖に持つジオキソラン化合物[例えば、2-(2-ブチルヘプチル)-1, 3-ジオキソラン、2-(2-ヘキシルノニル)-1, 3-ジオキソラン、2-(2-オクチルデシル)-1, 3-ジオキソラン、2-(2-オクチルウンデシル)-1, 3-ジオキソラン、2-(2-デシルテトラデシル)-1, 3-ジオキソラン及び2-(2-オクタデシルエイコシル)-1, 3-ジオキソランなど]、炭素数1〜30の直鎖アルケニル基又は分岐アルケニル基を持つ2-アルケニル-1, 3-ジオキソラン[例えば、2-(2-オクテニルウンデシル)-1, 3-ジオキソランなど]などが挙げられる。また、エーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1〜30の炭化水素基を持つ化合物として、2-アルキル-4-アルカノール-1, 3-ジオキソラン[例えば、2-(2-オクチルドデシル)- $\alpha$ ,  $\beta$ -グリセリンホルマルなど]などが挙げられる。本発明においては、分岐アルキル基を側鎖に持つジオキソラン化合物が好ましい。

上記一般式(12)で表されるジオキソラン化合物として、2-ヘキシル-2'-メチル-1, 3-ジオキソラン、2-ヘプチル-2'-メチル-1, 3-ジオキソラン、2-オクチル-2'-メチル-1, 3-ジオキソラン、2-エイコシル-2'-メチル-1, 3-ジオキソラン、2-ヘキシル-2'-エチル-1, 3-ジオキソラン、2-ヘプチル-2'-エチル-1, 3-ジオキソラン、2-オクチル-2'-エチル-1, 3-ジオキソラン、2-エイコシル-2'-エチル-1, 3-ジオキソラン、2-ヘキシル-2'-nプロピル-1, 3-ジオキソラン、2-ヘプチル-2'-nプロピル-1, 3-ジオキソラン、2-オクチル-2'-nプロピル-1, 3-ジオキソラン、2-



ーエイコシルー2'ー $n$ プロピルー1, 3ージオキソラン、2ーヘキシルー2'ー $n$ ブチルー1, 3ージオキソラン、2ーヘプチルー2'ー $n$ ブチルー1, 3ージオキソラン、2ーオクチルー2'ー $n$ ブチルー1, 3ージオキソラン、2ーエイコシルー2'ー $n$ ブチルー1, 3ージオキソランなどの2, 2'ージアルキルー1, 3ージオキソランなどが挙げられる。

- [0054] 上記一般式(13)で表わされるジオキサン化合物としては、炭素数1ー30の直鎖炭化水素基を持つ2ーアルキルー1, 3ージオキサン及び2ーアルケニルー1, 3ージオキサン、炭素数1ー30の分岐炭化水素基を持つ2ーアルキルー1, 3ージオキサン及び2ーアルケニルー1, 3ージオキサン、2位にアルキル基が結合し、4位又は／及び6位に炭素数1ー30のエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基などを持つ炭化水素基が結合した1, 3ージオキサン化合物などが挙げられる。

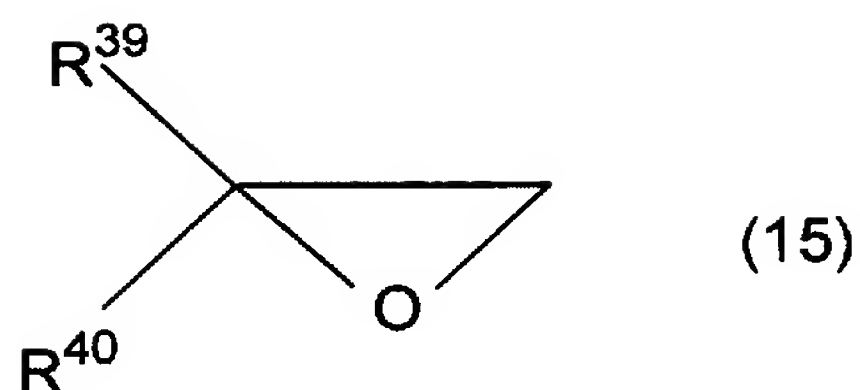
上記一般式(14)で表わされるジオキサン化合物としては、炭素数1ー30の直鎖炭化水素基を持つ2ーアルキルー1, 4ージオキサン及び2ーアルケニルー1, 4ージオキサン、炭素数1ー30の分岐炭化水素基を持つ2ーアルキルー1, 4ージオキサン及び2ーアルケニルー1, 4ージオキサン、2位にアルキル基が結合し、5位又は／及び6位に炭素数1ー30のエーテル結合、エステル結合、ヒドロキシル基などを持つ炭化水素基が結合した1, 4ージオキサン化合物などが挙げられる。

- [0055] 潤滑油組成物におけるこれらの化合物の配合量は、組成物基準で1質量%以上であり、加工方法や加工条件に応じて適宜調整することができる。例えば、純銅系の冷間圧延等の場合には1ー15質量%程度が適当であり、銅管の引抜き加工の場合には、5ー30質量%程度が好ましい。

本発明の潤滑油組成物には、基油中に存在する微量の塩素イオンや加工中に混入する微量の水分によりアセタール結合が加水分解されるのを防止するために、下記一般式(15)で表される2, 2'ージアルキルエポキシド化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で0.01質量%以上含有させることが好ましい。添加量の上限は、通常5質量%程度である。



[0056] [化21]

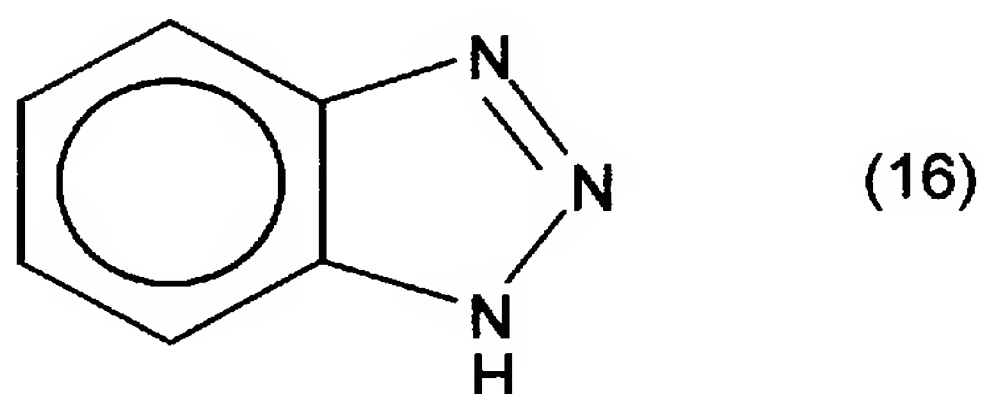


(式中、 $R^{39}$ 及び $R^{40}$ は、それぞれ独立に炭素数1～30の飽和炭化水素基、炭素数1～30の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1～30の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

[0057] 上記一般式(15)で表される化合物としては、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンなどが挙げられる。

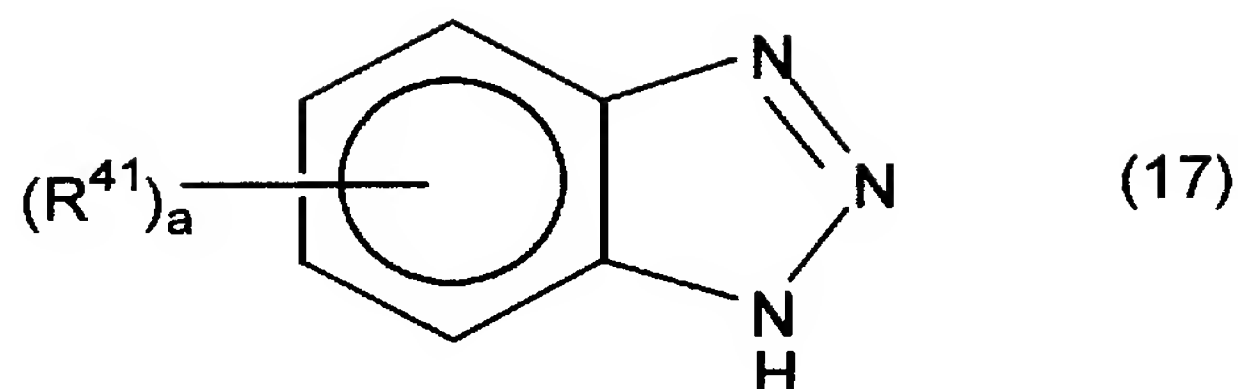
本発明の潤滑油組成物には、銅系金属の安定化剤として知られる、ベンゾトリアゾール及び／又はその誘導体を、組成物基準で0.01～10質量%含有させてもよい。この含有量は、好ましくは0.05～5質量%である。この含有量が0.01質量%以上であると添加効果が得られ、10質量%以下であると溶解しやすい。ベンゾトリアゾールは、下記式(16)で表される化合物である。

[0058] [化22]



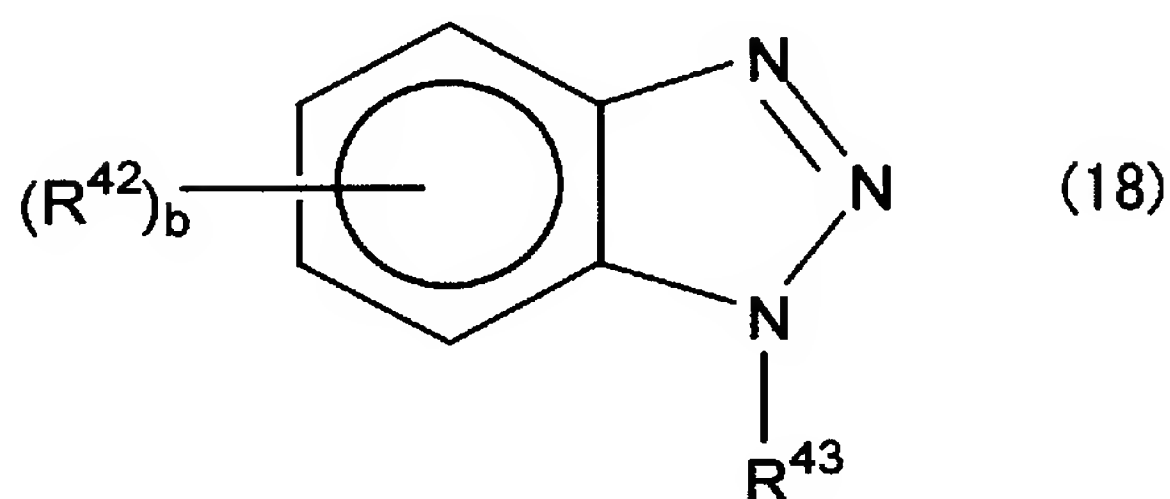
[0059] また、ベンゾトリアゾール誘導体としては、下記一般式(17)～(19)で表されるものが挙げられる。

[0060] [化23]



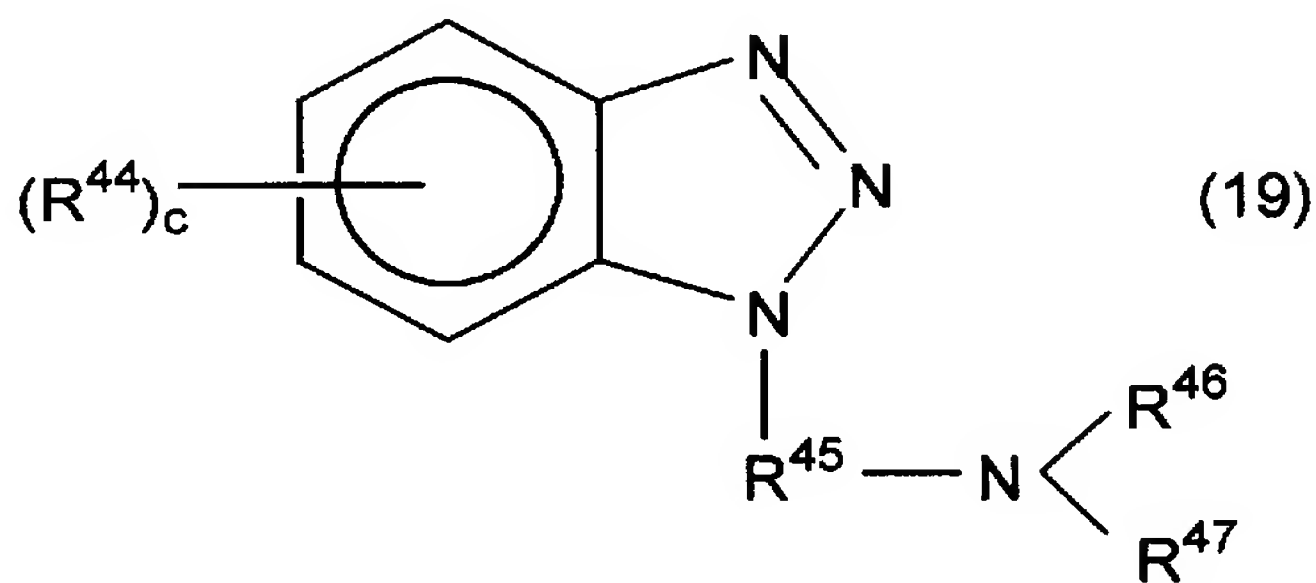
(式中、 $R^{41}$ は炭素数1～4のアルキル基を示す。 $a$ は1～3の数である。)

[0061] [化24]



(式中、 $R^{42}$ 及び $R^{43}$ は、それぞれ独立に炭素数1～4のアルキル基を示す。 $b$ は0～3の数である。)

[0062] [化25]



(式中、 $R^{44}$ は炭素数1～4のアルキル基を示し、 $R^{45}$ はメチレン基又はエチレン基を示し、 $R^{46}$ 及び $R^{47}$ は、それぞれ独立に水素原子及び炭素数1～12のアルキル基から選ばれる基を示す。 $c$ は0～3の数である。)

## 実施例

[0063] 次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によっ

てなんら限定されるものではない。

[実施例1](アルキル環状アセタール化合物である2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランの合成)

(1) 2-オクチル-1-ドデセンの合成

窒素置換した内容積5Lの三つ口フラスコに、1-デセン3.0kg、メタロセン錯体であるジルコノセンジクロライド0.9g(3ミリモル)及びメチルアルモキサン(アルベマール社製、Al換算で8ミリモル)を順次添加し、室温(約20℃)において攪拌を行った。反応液は黄色から赤褐色に変化した。反応を開始してから48時間経過後、メタノールで反応を停止させ、続いて濃度2質量%の塩酸水溶液を反応液に添加し、有機層を洗浄した。次に有機層を真空蒸留し、沸点120〜125℃/26.7Pa(0.2Torr)の留分(デセン二量体)2.5kgを得た。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、二量体の濃度は99質量%であり、二量体中のビニリデンオレフィン比率は97質量%であった。

(2) 2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの合成

内容積2Lの三つ口フラスコに、上記(1)で合成したデセン二量体300gとトルエン500mLを加え、混合した。この混合物の温度を70℃に保ち、濃度30質量%の過酸化水素水150g、濃硫酸0.5g及び蟻酸20gを添加した。同温度で1.5時間攪拌を行った後、反応物を水500mLに注ぎ、さらに有機層を水洗した。有機層は再びフラスコに移し、濃度30質量%の過酸化水素水150g、濃硫酸0.5g及び蟻酸20gを添加した。そして、温度70℃で1.5時間攪拌を続けた後、分液して有機層を取出し、水洗し、乾燥処理を施した。そして、溶媒のトルエンを減圧留去し、濃縮液体302gを得た。この濃縮物を<sup>1</sup>H-NMRで分析したところ、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの含有率は94%であった。

[0064] (3) 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物の合成

滴下ロート及び還流器を備えた内容積500mLの三つ口フラスコに、エチレングリコール(和光純薬(株)製、特級試薬)200mLと濃硫酸(濃度96質量%以上)2gを加え、内容物を80℃に昇温し、同温度で攪拌しながら、上記(2)で合成した2-オクチル-1, 2-エポキシドデカン42.5g(0.143モル)をゆっくりと(8時間かけて)滴下した。

滴下後、1時間攪拌してから、降温した。反応物を分液し、上層を水洗し、乾燥処理を施して、純度71質量%のアルキル環状アセタール化合物である2-長鎖分岐アルキル(炭素数19)-1, 3-ジオキソラン化合物(2-(2-オクチルウンデシル)-1, 3-ジオキソラン)57.4g(収率79.3モル%)を得た。

[0065] (4) 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物の構造解析

上記(3)で合成した2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン10.0gをヘキサンに溶解し、これをシリカゲル200g充填したカラム(移動相:ヘキサン)で展開した。ヘキサンを2L展開させた後、ヘキサン:ジエチルエーテル=95:5(容量比)の混合液1Lでさらに展開を行った。混合液を用いた段階で、2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物が流出した。流出物を濃縮し、純度85質量%のジオキソラン化合物7.4gを単離した。

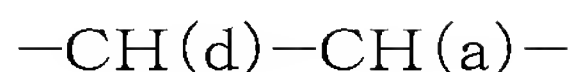
このようにして、純度を向上させた2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物を $^1\text{H}$ -NMR、 $^{13}\text{C}$ -NMR、二次元NMR(2D-COSY:Correlation Spectroscopy/2D-HMQC:Hetero Nuclear Multi Quantum Coherence/2D-INADEQUATE:Incredible Natural Abundance Double Quantum TransferExperiment)にかけて解析を行い、1, 3-ジオキソラン化合物の構造を把握した。

図1に、 $^1\text{H}$ -NMR解析による1, 3-ジオキソラン化合物の水素原子の符号を示し、図2に、 $^{13}\text{C}$ -NMR解析による1, 3-ジオキソラン化合物の炭素原子の符号を示す。

1, 3-ジオキソラン化合物についての詳細解析を図3、図4及び図5に示す。図3は、 $^1\text{H}$ -NMRのデータプロファイルであり、水素原子の化学シフトを示す。図4及び図5は、 $^{13}\text{C}$ -NMRのデータプロファイルであり、炭素原子の化学シフトを示す。 $^1\text{H}$ -NMR(図3)には、各プロトン(水素原子)のカップリングの値も示す。

上記(3)で合成した2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物において、水素原子及び炭素原子が如何に結合しているかについては、図6-12に従って、順次解析を行ったところ、上記(3)で合成した化合物は図1及び図2に示す1, 3-ジオキソラン構造であることが分かった。

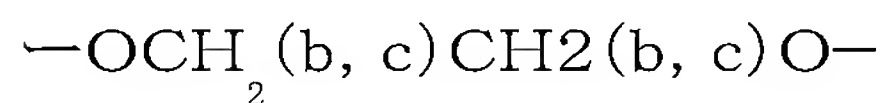
[0066] 図6は、2D-COSY法による解析結果を示す図である。図6から、a(1H)はd(1H)とスピン結合していることがわかる。



a; 4.77 ppm (d),  $J_{\text{H}} = 4.3 \text{ Hz}$

d; 1.57 ppm (m),  $J_{\text{H}} = 4.3 \text{ Hz}$

また、b (2H) は c (2H) とスピン結合していることがわかる。

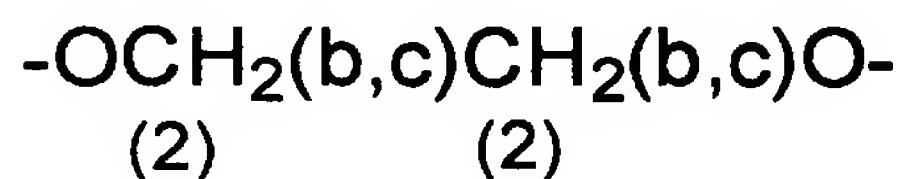
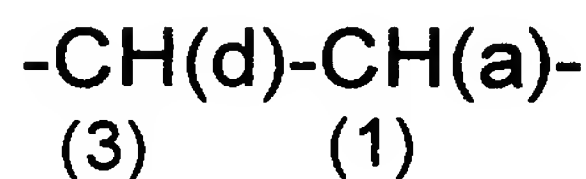


b; 3.94 ppm (m),  $J_{\text{H}} = 7.0 \text{ Hz}$

c; 3.83 ppm (m),  $J_{\text{H}} = 7.0 \text{ Hz}$

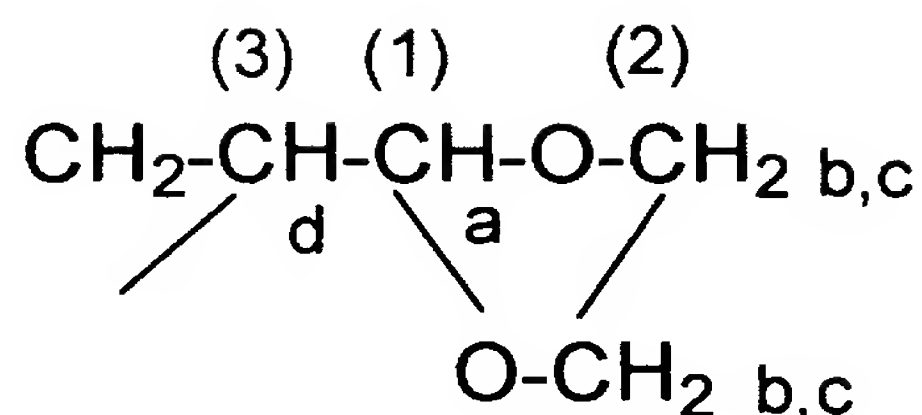
図7は、2D-HMQC法による解析結果を示す図である。図7から、(1)のCH炭素はa (1H) とスピン結合していることがわかる。また、(2)のCH<sub>2</sub>炭素はb (2H) 及びc (2H) とスピン結合し、その強度は(1)の2倍であることがわかる。(3)のCH炭素はd (1H) とスピン結合していることがわかる。これらの結果から、下記のユニット構造が存在することがわかる。

[0067] [化26]



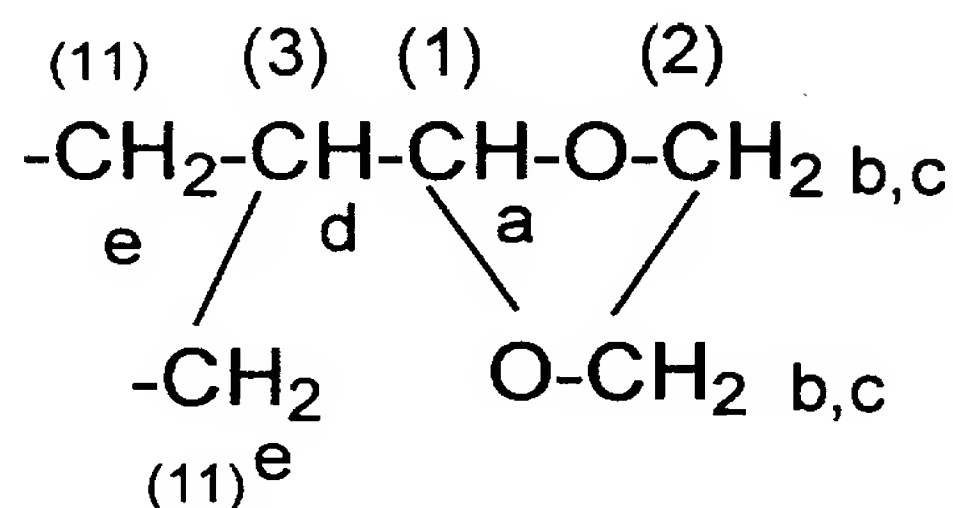
[0068] 図8は、2D-HMBC法による解析結果を示す図である。図8から、(1)のCH炭素はb, cプロトンと遠隔スピン結合( $^3J_{\text{CH}}$ )し、(2)のCH<sub>2</sub>炭素はaプロトンと遠隔スピン結合( $^3J_{\text{CH}}$ )していることがわかる( $^3J_{\text{CH}} = 3-9 \text{ Hz}$ )。これらの結果から次のユニット構造が存在することがわかる。

[0069] [化27]



[0070] 図9は、2D-HMBCによる解析結果を示す図である。図9から、(11)の $\text{CH}_2$ 炭素はaプロトンと遠隔スピン結合( $^3J_{\text{CH}}$ )していることがわかる。これらの結果から、次のユニット構造が存在することがわかる。

[0071] [化28]



[0072] 図10は、2D-INADEQUATEによる解析結果を示す図である。図10から、(1)のCH炭素は(3)のCH炭素と結合し、(14)の $\text{CH}_3$ 炭素は(13)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合していることがわかる。

図11は、2D-INADEQUATE法による解析結果を示す図である。図11から、(3)のCH炭素は(11)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合している。(11)の $\text{CH}_2$ 炭素は(12)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合し、(12)の $\text{CH}_2$ 炭素は(5)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合し、(14)の $\text{CH}_3$ 炭素は(13)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合し、(13)の $\text{CH}_2$ 炭素は(4)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合し、(4)の $\text{CH}_2$ 炭素は(10)の $\text{CH}_2$ 炭素と結合していることがわかる。

図12は図11の部分拡大図である。

[0073] [実施例2](2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランの合成)

(1) 2-オクチル-1-ドデシルアルデヒドの合成

内容積1Lの三つ口フラスコに、2-オクチル-1-ドデカノール(Aldrich製、商品番

号46, 448-1) 200g (0.67モル)と酸化クロム(VI) (関東化学社製、商品番号07355-00) 23gを加えた。反応混合物を室温において18時間攪拌した後、反応温度を2時間かけて60℃まで徐々に上げ、同温度で4時間攪拌を行った。反応後、固形物をろ過し、反応物を濃度5質量%の炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄し、乾燥させた。次に、反応物を減圧蒸留し、125-135℃[減圧度13.3Pa (0.1Torr)]の留分112g (粗収率56%)を採取した。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、2-オクチル-1-ドデシルアルデヒドの含有率は78%であった。

## (2) 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランの合成

滴下ロート及び還流器を備えた内容積500mLの三つ口フラスコに、エチレングリコール (和光純薬(株) 特級試薬) 200mLと濃硫酸 (96質量%以上) 2g加え、内容物を60℃に昇温し、同温度で攪拌しながら、上記(1)で調製した2-オクチル-1-ドデシルアルデヒド42.5g (0.143モル)をゆっくりと(15時間かけて)滴下した。滴下後、5時間攪拌してから、降温した。反応物は分液し、上層を水洗し、乾燥させた。このような操作により、反応生成物(濃縮物)を49.5g得た。

次に、反応生成物20.0gをヘキサンに溶解し、これをシリカゲル200g充填したカラム(移動相:ヘキサン)で展開した。さらに、ヘキサン:ジエチルエーテル=95:5(容量比)の混合液1Lで展開を行った。そして、2-長鎖分岐アルキル(炭素数19)-1, 3-ジオキソラン化合物(実施例1と同一化合物)を10.2g (収率49.3モル%)を得た。

### [0074] [応用例1] (ジオキソラン化合物の潤滑特性試験)

潤滑油基油としてポリイソブチレン (40℃における動粘度:850mm<sup>2</sup> /s) 85質量部を用い、これに、実施例1(3)で合成した2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物15質量部を配合し、金属加工用潤滑油組成物を調製した。また、比較のため、上記と同様のポリイソブチレン85質量部にステアリン酸ブチル15質量部を配合し、金属加工用潤滑油組成物を調製した。これらの潤滑油組成物について、下記要領で潤滑油特性を評価したところ、摩擦係数は、2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物を配合した潤滑油組成物が0.13、ステアリン酸ブチルを配合した潤滑油組成物が0.28であった。この結果から、2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソ



ラン化合物を配合した潤滑油組成物は、摩擦係数が著しく改善され、金属加工用潤滑油組成物として好適であることがわかる。

[0075] [往復動摩擦試験条件]

試験機: 往復摺動摩擦試験機

試験荷重: 4.9N

摺動速度: 20mm/s

試験温度: 150°C

摺動距離: 50mm

摺動回数: 50回

試験片(板): C-1220

試験片(ボール): SUJ2

評価項目: 50回摺動時の摩擦係数

[0076] [実施例3][2-(2-ブチルヘプチル)-1, 3-ジオキソランの合成]

実施例1(1)において、1-デセンの代わりに1-ヘキセンを用い、実施例(1)と類似の方法で、ヘキセン二量体を合成し、このヘキセン二量体を用いて実施例1(2)と類似の方法で、2-ブチル-1, 2-エポキシオクタンを合成した。そして、実施例1(3)において、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの代わりに2-ブチル-1, 2-エポキシオクタンを用い、実施例1(3)と類似の方法で、2-(2-ブチルヘプチル)-1, 3-ジオキソランを得た。

[0077] [実施例4][2-(2-ヘキシルノニル)-1, 3-ジオキソランの合成]

実施例1(1)において、1-デセンの代わりに1-オクテンを用い、実施例(1)と類似の方法で、オクテン二量体を合成し、このオクテン二量体を用いて実施例1(2)と類似の方法で2-ヘキシル-1, 2-エポキシデカンを合成した。そして、実施例1(3)において、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの代わりに2-ヘキシル-1, 2-エポキシデカンを用い、実施例1(3)と類似の方法で、2-ヘキシルノニル-1, 3-ジオキソランを得た。

[0078] [実施例5][2-(2-オクチルウンデシル)- $\alpha$ ,  $\beta$ -グリセリンホルマルの合成]

実施例1(3)において、エチレングリコールの代わりに、グリセリン用い、実施例1(3)

)と類似の方法で、2-(2-オクチルウンデシル)- $\alpha$ ,  $\beta$ -グリセリンホルマルを得た。

[0079] [実施例6][2-(2-オクテニルウンデシル)-1, 3-ジオキソランの合成]

実施例1(3)において、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの代わりに2-オクテニル-1, 2-エポキシドデカンを用い、実施例1(3)と類似の方法で、2-(2-オクテニルウンデシル)-1, 3-ジオキソランを得た。

[0080] [実施例7-15及び比較例1-4]

第1表に示す種類と量の配合成分を混合し、潤滑油組成物を調製した。得られた潤滑油組成物について、以下の条件で、往復動摩擦試験及び平板引抜き試験を行い、潤滑特性を評価した。往復動摩擦試験の結果を図13-16に、平板引抜き試験の結果を第1表に示す。図13及び図14は、摺動回数1-5回目までの平均摩擦係数の温度による変化を示し、図15及び図16は、摺動回数45-50回目までの平均摩擦係数の温度による変化を示す。

また、焼鈍特性には、純銅製の試験板を用い、くぼみを設けた試験板を用いた焼鈍試験-1の終了後に、試験板の変色及び残渣の確認を行い、平板を用いた焼鈍試験-2により残油量を算出した。

[0081] [往復動摩擦試験条件]

試験機: 往復摺動摩擦試験機

試験荷重: 4.9N

摺動速度: 20mm/s

試験温度: 30-250°C

摺動距離: 50mm

摺動回数: 50回

試験片(板): C-1220

試験片(ボール): SUJ2

評価項目: 摺動回数1-5回目までの平均摩擦係数及び摺動回数45-50回目までの平均摩擦係数

[0082] [平板引抜き試験条件]

試験機: インストロン試験機

減面率:33%

摺動速度:200mm/s

試験温度:22°C

摺動距離:150mm

試験片(板):C-1220(25mm×300mm×1mm)

ポンチ:WC(2R)

評価項目:平均引抜き抵抗を比較

[0083] [焼鈍試験-1]

1. 純銅製の試験板のくぼみ(直径7mm、深さ5mm)に潤滑油油組成物10mgを入れ、ネジ止めにより銅板でしっかりと蓋をする。
2. これを加熱炉に入れた後、炉内を窒素置換する。
3. 窒素置換後、550°Cまで20分間で昇温し、その後、550°Cで20分間保持し、窒素雰囲気下で冷却して取り出す。
4. スラッジの発生状況等をカメラで観察し、目視で判定する。

[0084] [焼鈍試験条件-2]

1. 純銅の試験板(60mm×80mm)の両面に潤滑油組成物を塗布し、これを5枚重ね、ボルト・ナットで4ヶ所を固定する。
2. 室温下で2時間油切りをした後、500°Cに加熱したマッフル炉で、窒素気流下20分間焼鈍する。
3. 冷却後、試験板5枚のうちの内側の3枚の試験板の質量を測定し、単位面積当たりの残油量を算出する。
4. 銅管の管径を6.35mmとして、単位長さ当りの残油量に換算する。

[0085] [表1]

第1表-1

配合成分(質量%)	40°Cにおける 動粘度 (mm <sup>2</sup> /s)	比較例				実施例		
		1	2	3	4	7	8	9
ポリブテン * <sup>1</sup>	1500	99.9	84.9	84.9		84.9	84.9	84.9
ポリイソブチレン * <sup>2</sup>	1500				84.9			
非水溶性ポリアルキレングリコール * <sup>3</sup>	1500							
ブチルステアレート * <sup>4</sup>			15.0		15.0			
2-エチルヘキシルステアレート * <sup>5</sup>				15.0				
2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソラン * <sup>6</sup>						15.0		
2-(2-ヘキシルノニル)-1,3-ジオキソラン * <sup>7</sup>							15.0	
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * <sup>8</sup>								15.0
2-(2-オクチルウンデシル)- $\alpha,\beta$ -グリセリンホルマル * <sup>9</sup>								
2-(2-オクテニルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * <sup>10</sup>								
2-オクチル-1,2-エポキシドデカン * <sup>11</sup>								
ベンゾトリアゾール * <sup>12</sup>		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
平板引抜きロード(N)		4341	3625	3606	3783	3283	3244	3136
焼鈍試験-1	残渣の有無	微少	無	微少	無	無	無	無
	変色	無	無	微少	無	無	無	無
	蓋の張り付き	無	有	有	有	無	無	無
焼鈍試験-2	残油量(mg/m)	0.31	0.10	0.11	0.18	0.06	0.07	0.08

[0086] [表2]

第1表-2

配合成分(質量%)	40°Cにおける 動粘度 (mm <sup>2</sup> /s)	実施例					
		10	11	12	13	14	15
ポリブテン * <sup>1</sup>	1500	84.9	84.9		84.9	83.9	
ポリイソブチレン * <sup>2</sup>	1500			84.9			
非水溶性ポリアルキレングリコール * <sup>3</sup>	1500						84.9
ブチルステアレート * <sup>4</sup>							
2-エチルヘキシルステアレート * <sup>5</sup>							
2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソラン * <sup>6</sup>							
2-(2-ヘキシルノニル)-1,3-ジオキソラン * <sup>7</sup>							
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * <sup>8</sup>			15.0			15.0	15.0
2-(2-オクチルウンデシル)- $\alpha,\beta$ -グリセリンホルマル * <sup>9</sup>		15.0					
2-(2-オクテニルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * <sup>10</sup>				15.0	15.0		
2-オクチル-1,2-エポキシドデカン * <sup>11</sup>						1.0	
ベンゾトリアゾール * <sup>12</sup>		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
平板引抜きロード(N)		3214	3391	3440	3508	3156	3185
焼鈍試験-1	残渣の有無	無	無	無	無	無	無
	変色	無	無	無	無	無	無
	蓋の張り付き	無	無	無	無	無	無
焼鈍試験-2	残油量(mg/m)	0.09	0.09	0.09	0.09	0.10	0.09

(注)

- \* 1: 出光興産(株)製、商品名: 100R
- \* 2: エクソンケミカル社製
- \* 3: ポリオキシブチレングリコールモノ $n$ -ブチルエーテル
- \* 4: 花王(株)製
- \* 5: 市販品
- \* 6: 製造例2の化合物
- \* 7: 製造例3の化合物
- \* 8: 製造例1の化合物
- \* 9: 製造例4の化合物
- \* 10: 製造例5の化合物
- \* 11: 製造例1(2)の化合物
- \* 12: 城北化学(株)製、商品名: BT-120

[0087] [実施例16及び比較例5]

第2表に示す種類と量の配合成分を混合し、潤滑油組成物を調製した。得られた潤滑油組成物を用いて、以下の条件で打ち抜き加工を行い、しごき不良率及び工具摩耗状態を評価した。結果を第2表に示す。

[0088] [打抜き加工条件]

プレス機: 150トンプレス機(Burrak社製)

板材質: C1220

工具材質: ハイス

ストローク速度: 0.5m/sec.

しごき率: 55%

成形穴形状: 6.35/20.32mm(2.5/8インチ)(円形)

加工時間: 300サイクル/min. × 5分

[0089] [表3]

第2表

配合成分(質量%)	実施例16	比較例5
ポリブテン(40°Cにおける動粘度130mm <sup>2</sup> /s) * <sup>1</sup>	84.9	84.9
ブチルステアレート * <sup>2</sup>		15.0
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * <sup>3</sup>	15.0	
ベンゾトリアゾール * <sup>4</sup>	0.1	0.1
しごき不良率(%)	4	18
工具摩耗	無	微少

(注)

\*1:出光興産(株)製、商品名:5H

\*2:花王(株)製

\*3:実施例1の化合物

\*4:城北化学(株)製、商品名:BT-120

[0090] [比較例6及び実施例17, 18]

第3表に示す種類と量の配合成分を混合し、潤滑油組成物を調製した。得られた潤滑油組成物について以下の条件で圧延実験を行い、表面損傷(ヒートスクラッチ)による圧延限界圧下率を求め、評価した。結果を第3表に示す。

[0091] [圧延条件]

圧延機:4段圧延機

バックアップロール径:200mm

ワークロール径:40mm

圧延速度:100m/min.

張力:入口側3920N、出口側2156N

圧延材:C2680 1.0×50mmコイル

パス数:1パス

圧下率:30〜65%

[0092] [表4]

第3表

配合成分(質量%)	比較例6	実施例17	実施例18
鉱油(40°Cにおける動粘度8mm <sup>2</sup> /s) * <sup>1</sup>	90.0	90.0	89.0
ブチルステアレート * <sup>2</sup>	10.0		
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * <sup>3</sup>		10.0	10.0
2-オクチル-1,2-エポキシドデカン * <sup>4</sup>			1.0
限界圧下率(%)	55.0	>65	>65
備考		65%でも表面損傷無し	

(注)

\*1:パラフィン系鉱油

\*2:花王(株)製

\*3:実施例1の化合物

\*4:実施例1(2)の化合物

[0093] 以上の結果より、実施例の潤滑油組成物は、焼鈍特性、潤滑特性が大きく向上していることが明らかである。

#### 産業上の利用可能性

[0094] 本発明のアルキルアセタール化合物は、基油に配合することにより、特に銅管引抜き油として好適な潤滑油組成物を与えることができる。

本発明の金属加工用潤滑油組成物は、高温領域においても優れた潤滑特性(低摩擦性)を有し、特に銅系金属(銅又は銅含有金属)の加工に好適である。